



(11) Veröffentlichungsnummer: **0 468 921 A1**

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: **91810568.5**

(51) Int. Cl.<sup>6</sup>: **D06P 1/642, D06P 1/651,  
D06P 3/52, D06P 3/54**

(22) Anmeldetag: **15.07.91**

(30) Priorität: **23.07.90 CH 2430/90**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
**29.01.92 Patentblatt 92/05**

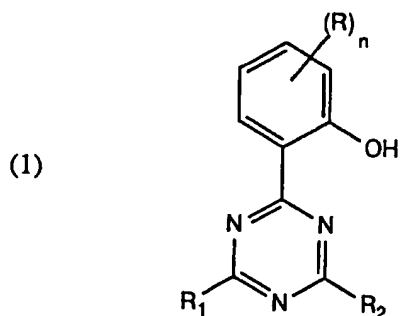
(84) Benannte Vertragsstaaten:  
**AT BE CH DE ES FR GB IT LI NL SE**

(71) Anmelder: **CIBA-GEIGY AG**  
**Klybeckstrasse 141**  
**CH-4002 Basel (CH)**

(72) Erfinder: **Jöllenneck, Martin, Dr.**  
**Guntramstrasse 39**  
**W-7800 Freiburg (DE)**  
Erfinder: **Zelger, Josef**  
**Paradiesstrasse 1**  
**CH-4125 Riehen (CH)**

(54) **Wässrige Dispersion schwerlöslicher UV-Absorber.**

(57) Wässrige stabile Dispersionen von UV-absorbierenden s-Triazinverbindungen enthaltend  
(a) 5 bis 50 Gewichtsprozent einer n-Triazinverbindung der Formel



behandelt, worin R, R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub> und n die in Anspruch 1 angegebene Bedeutung haben, und

(b) 0 bis 18 Gewichtsprozent einer anionischen Verbindung und

(c) 0 bis 18 Gewichtsprozent einer nichtionischen Verbindung, mit der Massgabe, dass von den Komponenten (b) und (c) mindestens eine vorhanden sein muss.

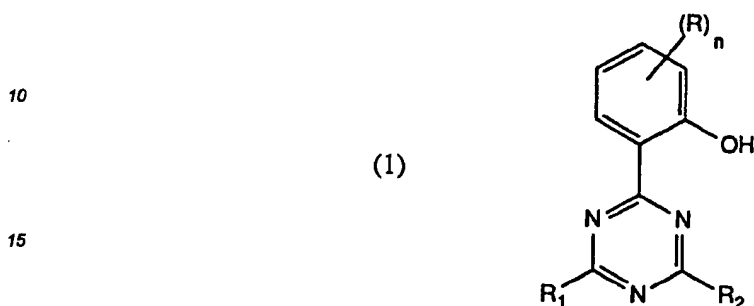
Diese Dispersionen sind ausgezeichnete Mittel zum Verbessern der Lichtechtheit von Färbungen auf Synthesefasern insbesondere Polyesterfasern oder säuremodifizierten Polyesterfasern.

EP 0 468 921 A1

## EP 0 468 921 A1

Die vorliegende Erfindung betrifft eine wässrige Dispersion von schwerlöslichen UV-Absorbern und ihre Verwendung beim Färben von Synthefasern, insbesondere Polyesterfasern oder säuremodifizierten Polyesterfasern.

Die erfindungsgemässe wässrige Dispersion ist dadurch gekennzeichnet, dass sie  
 5 (a) 5 bis 50 Gewichtsprozent einer s-Triazinverbindung der Formel



20 worin

R nieder Alkyl, nieder Alkoxy, Halogen oder Hydroxy,  
 R<sub>1</sub> und R<sub>2</sub> unabhängig voneinander C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub>-Alkyl, durch Hydroxy, nieder Alkoxy, nieder Alkylthio, Amino  
 oder Mono- oder Di-alkylamino substituiertes C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub>-Alkyl, Phenyl oder durch Chlor, Hydroxy, nieder Alkyl  
 und/oder nieder Alkoxy substituiertes Phenyl und

25 n 0, 1 oder 2 bedeuten,

(b) 0 bis 18 Gewichtsprozent einer anionischen Verbindung und

(c) 0 bis 18 Gewichtsprozent einer nichtionischen Verbindung enthält, mit der Massgabe, dass von den  
 Komponenten (b) und (c) mindestens eine vorhanden sein muss.

Vorteilhafterweise enthält die erfindungsgemässe wässrige Dispersion 10 bis 45 Gewichtsprozent der  
 30 Komponente (a) 0,5 bis 15 Gewichtsprozent der Komponente (b) und 0,5-15 Gew.proz. der Komponente (c).  
 Komponente (a) hat zweckmässigerweise eine Partikelgrösse unter 5 µm.

Sowohl Komponente (a) als auch die Komponenten (b) und (c) können als Einzelverbindung oder in Form  
 eines Gemisches vorhanden sein.

35 Stellen die Substituenten R<sub>1</sub> und R<sub>2</sub> eine Alkylgruppe dar, so kann sie geradkettig oder verzweigt sein. Bei-  
 spiele solcher Alkylreste sind Methyl, Ethyl, n-Propyl, Isopropyl, n-Butyl, Isobutyl, sek-Butyl, tert-Butyl, Amyl,  
 Isoamyl, tert-Amyl, n-Hexyl, 2-Ethylhexyl, n-Heptyl, n-Octyl, Isooctyl, n-Nonyl, Isononyl, n-Dodecyl, Heptadecyl  
 oder Octadecyl.

40 R, R<sub>1</sub> und R<sub>2</sub> als nieder Alkyl, Alkoxy oder Alkylthio stellen einen Rest mit 1 bis 4 C-Atomen, wie Methyl,  
 Ethyl, Propyl, Isopropyl, Butyl, Isobutyl, sek-Butyl, tert-Butyl, Methoxy, Ethoxy, Propoxy, Isopropoxy, Butoxy,  
 Isobutoxy, sek-Butoxy, tert-Butoxy, Methylthio, Ethylthio, Propylthio, Isopropylthio, Butylthio, Isobutylthio,  
 sek-Butylthio oder tert-Butylthio dar.

Halogen bedeutet beispielsweise Fluor, Brom oder vorzugsweise Chlor.

Praktisch wichtige Komponenten (a) entsprechen der Formel



## EP 0 468 921 A1

worin

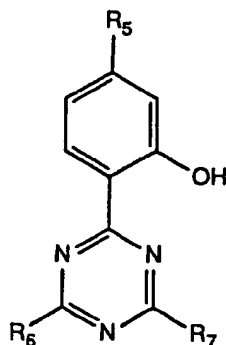
R die oben angegebene Bedeutung hat und

R<sub>3</sub> und R<sub>4</sub> unabhängig voneinander Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen, Phenyl oder durch niedere Alkyl und/oder niedere Alkoxy substituiertes Phenyl bedeuten, und bevorzugt der Formel

5

10

(3)



15

20

worin

R<sub>5</sub> niedere Alkyl oder niedere Alkoxy und

R<sub>6</sub> und R<sub>7</sub> unabhängig voneinander Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen oder Phenyl bedeuten.

Besonders bevorzugt sind Verbindungen der Formel (1), worin R niedere Alkoxy und R<sub>1</sub> und R<sub>2</sub> je Phenyl bedeuten.

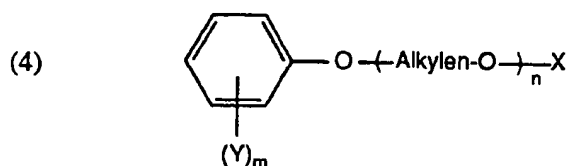
Die auch als UV-Absorber bekannten Verbindungen der Formeln (1), (2) und (3), sind bekannt oder können in an sich bekannter Weise hergestellt werden, so z.B. durch Erhitzen eines Amidins und eines o-Hydroxybenzocarbonsäureesters, vorzugsweise im ungefähren molaren Mengenverhältnis von 2:1 in siedenden, organischen Lösungsmitteln [cf. US 3,896,125 und Helv. Chim. Acta 55, 1566-1595 (1972)].

Geeignete Verbindungen der Formeln (1), (2) und (3) sind z.B.

- 2-(2'-Hydroxy-5'-methylphenyl)-4,6-dimethyl-s-triazin; F. 131 °C:
  - 2-(2'-Hydroxy-3',5'-dimethylphenyl)-4,6-dimethyl-s-triazin; F. 177°C:
  - 2-(2'-Hydroxy-4',5'-dimethylphenyl)-4,6-dimethyl-s-triazin; λ 349 μm: T 48 %:
  - 2-(2'-Hydroxy-4',5'-dimethylphenyl)-4,6-diethyl-s-triazin; F. 98°C:
  - 2-(2'-Hydroxy-5'-chlorphenyl)-4,6-dimethyl-s-triazin; F. 160°C:
  - 2-(2'-Hydroxyphenyl)-4,6-dimethyl-s-triazin; F. 133°C:
  - 2-(2'-Hydroxy-5'-tert.-butylphenyl)-4,6-dimethyl-s-triazin; λ 352 μm: T 60 %:
  - 2-(2'-Hydroxyphenyl)-4,6-didecyl-s-triazin; F. 53°C:
  - 2-(2'-Hydroxyphenyl)-4,6-dinonyl-s-triazin; F. 45°C:
  - 2-(2'-Hydroxyphenyl)-4,6-diheptadecyl-s-triazin; λ 338 μm: T 80 %:
  - 2-(2'-Hydroxyphenyl)-4,6-dipropyl-s-triazin; F. 18 bis 20°C:
  - 2-(2'-Hydroxyphenyl)-4,6-bis-(β-methylmercaptoethyl)-s-triazin λ 341 μm: T 60 %:
  - 2-(2'-Hydroxyphenyl)-4,6-bis-(β-dimethylaminoethyl)-s-triazin; λ 340 μm: T 63 %:
  - 2-(2'-Hydroxyphenyl)-4,6-bis-(β-butylaminoethyl)-s-triazin; λ 341 μm: T 66 %:
  - 2-(2'-Hydroxyphenyl)-4,6-di-tert.-butyl-s-triazin; λ 338 μm: T 68 %:
  - 2-(2'-Hydroxyphenyl)-4,6-dioctyl-s-triazin; F. 40°C:
  - 2-(2'-Hydroxy-4'-methoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin; F. 204-205°C
  - 2-(2'-Hydroxy-4'-ethoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin; F. 201-202°C und
  - 2-(2'-Hydroxy-4'-isopropyl)-4,6-diphenyl-s-triazin; F. 181-182°C.
- (T = prozentuale Transmission einer Lösung von 1 mg Substanz in 100 ml Chloroform bei 1 cm Schichtdicke)
- Als Komponente (b) kommen Verbindungen in Betracht, die aus der Gruppe der (ba) sauren Ester oder deren Salze von Alkylperoxidaddukten der Formel

55

## EP 0 468 921 A1



worin X den Säurerest einer anorganischen, Sauerstoff enthaltenden Säure, wie z.B. Schwefelsäure oder vorzugsweise Phosphorsäure, oder auch den Rest einer organischen Säure und Y C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-Alkyl, Aryl oder Aralkyl bedeuten,

"Alkylen" für den Ethylenrest oder Propylenrest steht, und

m 1 bis 4 und n 4 bis 50 sind,

(bb) Polystyrolsulfonate,

(bc) Fettsäuretauride,

(bd) alkylierten Diphenyloxid-mono- oder di-sulfonate,

(be) Sulfonate von Polycarbonsäureestern,

(bf) mit einer organischen Dicarbonsäure, oder einer anorganischen mehrbasischen Säure in einen sauren Ester übergeführte Anlagerungsprodukte von 1 bis 60, vorzugsweise 2 bis 30 Mol, Ethylenoxid und/oder

Propylenoxid an Fettamine, Fettamide, Fettsäuren oder Fettalkohole je mit 8 bis 22 kohlenstoffatomen oder an drei- bis sechswertige Alkanole mit 3 bis 6 kohlenstoffatomen,

(bg) Ligninsulfonate und

(bh) Formaldehyd-kondensationsprodukte ausgewählt sind.

Der Säurerest X in Formel (4) leitet sich beispielsweise von niedermolekularen Dicarbonsäuren ab, wie z.B. von Maleinsäure, Bernsteinsäure oder Sulfobernsteinsäure, und ist über eine Esterbrücke mit dem Alkyl-enoxydteil des Moleküls verbunden. Insbesondere leitet sich X jedoch von anorganischen mehrbasischen Säuren, wie Schwefelsäure oder insbesondere Orthophosphorsäure ab.

Der Säurerest X kann als freie Säure oder in Salzform, d.h. z.B. als Alkalimetall-, Erdalkali-, Ammonium-, Amin- oder Fettaminsalz, vorliegen. Beispiele für solche Salze sind Lithium-, Natrium-, kalium-, Barium-, Magnesium-, Ammonium-, Trimethylamin-, Diethylamin-, Ethanolamin-, Diethanolamin- oder Triethanolaminsalze. Bevorzugt sind Alkalimetallsalze oder vor allem Triethanolaminsalze. Die Mono- bzw. Diethanolaminsalze sowie Amine und Fettamine können noch weiter mit 1 bis 25 Oxalkylen-Einheiten verethert sein.

Stellt der Substituent Y in Formel (4) eine Alkylgruppe dar, so kann sie geradkettig oder verzweigt sein. Beispiele solcher Alkylreste sind Methyl, Ethyl, n-Propyl, Isopropyl, n-Butyl, Isobutyl, sek. Butyl, tert. Butyl, Amyl, Isoamyl, tert. Amyl, n-Hexyl, 2-Ethylhexyl, n-Heptyl, n-Octyl, Isooctyl, n-Nonyl, Isononyl oder n-Dodecyl.

Y in der Bedeutung von Aralkyl weist vorteilhafterweise insgesamt 7 bis 9 Kohlenstoffatome auf und steht in der Regel für Benzyl, α-Methylbenzyl, α,α-Dimethylbenzyl, β-Phenethyl, α-Tolyloethyl oder Phenisopropyl.

Der Substituent Y in Formel (4) ist vorteilhafterweise C<sub>4</sub>-C<sub>12</sub>-Alkyl, Benzyl, vorzugsweise C<sub>4</sub>-C<sub>10</sub>-Alkyl oder besonders α-Methylbenzyl.

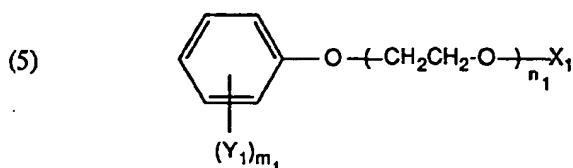
Der Substituent Y kann auch verschiedene der angegebenen Bedeutungen annehmen.

n ist bevorzugt 6 bis 30, während m vorzugsweise 1 bis 3 ist.

(Alkylen-O)<sub>n</sub> — Ketten

sind bevorzugt vom Ethylenglykol-, Propylenethylenglykol oder Ethylenpropylenglykol-Typus; besonders bevorzugt ist erstere.

Bevorzugte saure Ester als Komponente (ba) entsprechen der Formel



worin Y<sub>1</sub> C<sub>4</sub>-C<sub>12</sub>-Alkyl, Phenyl, Toly, Toly-C<sub>1</sub>-C<sub>3</sub>-alkyl oder Phenyl-C<sub>1</sub>-C<sub>3</sub>-alkyl, wie z.B. α-Methyl- oder α,α-Dimethylbenzyl bedeutet, X<sub>1</sub> ein Säurerest ist, d r sich von Schwefelsäure oder vorzugsweise o-Phosphor-

## EP 0 468 921 A1

säure ableitet, und  $m_1$  1 bis 3 und  $n_1$  4 bis 40 sind.

Diese sauren Ester liegen vorzugsweise als Natrium-, kalium-, Ammonium-, Diethylamin-, Triethylamin-, Diethanolamin- oder Triethanolaminsalze vor.

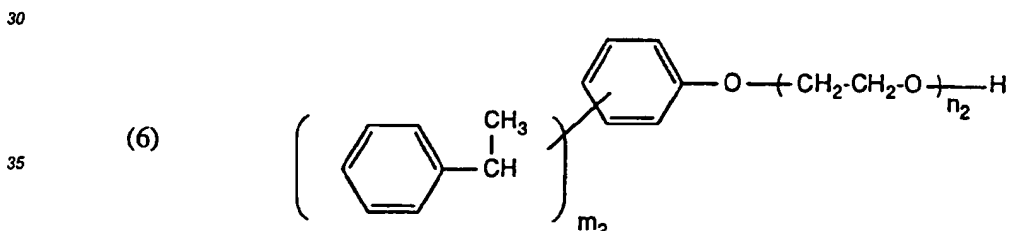
Die als Komponente (ba) in Frage kommenden sauren Ester der Formel (4) oder (5) werden hergestellt, indem man Alkylenoxid (Ethylenoxid oder Propylenoxid) an eine definitionsgemäss substituierte Phenolverbindung anlagert und das Anlagerungsprodukt mit einer mehrbasischen Sauerstoffsäure oder einem funktionellen Derivat dieser Säure, wie z.B. Säureanhydride, Säurehalogenide, Säureester oder Säureamide in die sauren Ester und gegebenenfalls den erhaltenen sauren Ester in die obengenannten Salze überführt. Als Beispiele dieser funktionellen Derivate seien Phosphorpentoxid, Phosphoroxotrichlorid, Chlorsulfonsäure oder Sulfaminsäure genannt. Sowohl die Alkylenoxidanlagerung als auch die Veresterung können nach bekannten Methoden durchgeführt werden.

Gut geeignete Komponenten (ba) sind saure Ester oder deren Salze eines Polyadduktes von 4 bis 40 Mol Ethylenoxid an 1 Mol eines Phenols, das mindestens eine  $C_4$ - $C_{12}$ -Alkylgruppe, eine Phenylgruppe, eine Tolygruppe, eine  $\alpha$ -Tolyethylgruppe, eine Benzylgruppe, eine  $\alpha$ -Methylbenzylgruppe oder eine  $\alpha,\alpha$ -Dimethylbenzylgruppe aufweist, wie z.B. Butylphenol, Tributylphenol, Octylphenol, Nonylphenol, Dinonylphenol, *o*-Phenylphenol, Benzylphenol, Dibenzylphenol,  $\alpha$ -Tolyethylphenol, Dibenzyl-(nonyl)-phenol,  $\alpha$ -Methylbenzylphenol, Bis-( $\alpha$ -Methylbenzyl)-phenol oder Tris-( $\alpha$ -methylbenzyl)-phenol, wobei diese sauren Ester einzeln oder in Mischung verwendet werden können.

Von besonderem Interesse sind saure Phosphorsäureester der Addukte von 6 bis 30 Mol Ethylenoxid an 1 Mol 4-Nonylphenol 1 Mol Dinonylphenol oder besonders an 1 Mol von Verbindungen, die durch Anlagerung von 1 bis 3 Mol von Styrolen an 1 Mol Phenole hergestellt werden, wobei die Phosphorsäureester zweckmässigerweise als Gemische der entsprechenden Salze eines Mono- oder Diesters vorhanden sind.

Die Herstellung der Styrolanlagerungsprodukte erfolgt in bekannter Weise vorzugsweise in Gegenwart von Katalysatoren, wie Schwefelsäure, *p*-Toluolsulfonsäure oder vor allem Zinkchlorid. Als Styrole kommen zweckmässigerweise Styrol,  $\alpha$ -Methylstyrol oder Vinyltoluol (4-Methylstyrol) in Betracht. Beispiele für die Phenole sind Phenol, Kresole oder Xylenole.

Ganz besonders bevorzugt als Komponente (ba) sind saure Phosphorsäureester (Mono- und Diester) oder deren Salze von Oxalkylierungsprodukten der Formel



worin  $m_2$  1 bis 3 und  $n_2$  8 bis 30, vorzugsweise 12 bis 20 bedeuten.

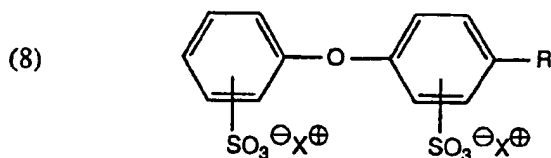
Als Beispiele für Oxalkylierungsprodukte der Formeln (5) und (6) seien im einzelnen genannt

- Oxalkylierungsprodukt mit 18 Ethylenoxideinheiten des Anlagerungsproduktes von 2 Mol Styrol an 1 Mol Phenol
- Oxalkylierungsprodukt mit 18 Ethylenoxideinheiten des Anlagerungsproduktes von 3 Mol Styrol an 1 Mol Phenol
- Oxalkylierungsprodukt mit 27 Ethylenoxideinheiten des Anlagerungsproduktes von 2 Mol 4-Methylstyrol an 1 Mol Phenol
- Oxalkylierungsprodukt mit 17 Ethylenoxideinheiten des Anlagerungsproduktes von 3 Mol 4-Methylstyrol an 1 Mol Phenol
- Oxalkylierungsprodukt mit 18 Ethylenoxideinheiten des Gemisches aus einem Anlagerungsprodukt von 2 Mol Styrol an 1 Mol Phenol und einem Anlagerungsprodukt von 3 Mol Styrol an 1 Mol Phenol
- Oxalkylierungsprodukt mit 13 Ethylenoxideinheiten des Gemisches aus einem Anlagerungsprodukt von 2 Mol Styrol an 1 Mol Phenol und einem Anlagerungsprodukt von 3 Mol Styrol an 1 Mol Phenol.

Als Beispiele für die unter (bc) bis (bh) erwähnten anionischen Verbindungen seien genannt:

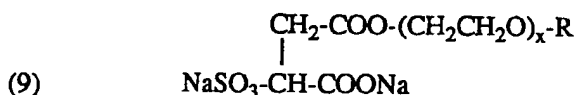
- als Komponente (bc) z.B. Verbindungen der Formel (7)  $R-CO-NH-CH_2-CH_2-SO_3H$  worin R  $C_{11}$ - $C_{17}$ -Alkyl ist (vgl. z.B. US-A-4 219 480)
- als Komponente (bd) z.B. Verbindungen der Formel (8)

## EP 0 468 921 A1



worin R C<sub>10</sub>-C<sub>18</sub>-Alkyl und X Wasserstoff oder Alkalimetall bedeuten;

– als Komponente (be) z.B. Dihexylsulfosuccinate, Di-2-ethylhexylsulfosuccinate, Dioctylsulfosuccinate, Sulfosuccinamide oder Verbindungen der Formel



worin R C<sub>8</sub>-C<sub>18</sub>-Alkyl oder Alkylphenol mit 4 bis 12 C-Atomen im Alkylteil und x 1 bis 10, vorzugsweise 2 bis 4 bedeuten.

– als Komponente (bf) mit z.B. Maleinsäure, Malonsäure, Sulfobernsteinsäure und vorzugsweise o-Phosphorsäure oder insbesondere Schwefelsäure in einen sauren Ester überführen Anlagerungsprodukte von 2 bis 30 Mol Ethylenoxid an Fettamine, Fettamide, Fettsäuren oder Fettalkohole oder 3-6-wertige Alkanole;

– als Komponente (bh) z.B. Kondensationsprodukte von Ligninsulfonaten und/oder Phenol und Formaldehyd, Kondensabonsprodukte von Formaldehyd mit aromatischen Sulfonsäuren, wie kondensationsprodukte von Ditolylethersulfonaten und Formaldehyd, kondensationsprodukte von Naphthalinsulfonsäure und/oder Naphthol- oder Naphthylaminsulfonsäuren mit Formaldehyd, Kondensationsprodukte von Phenolsulfonsäuren und/oder sulfoniertem Dihydroxydiphenylsulfon und Phenolen bzw. Kresolen mit Formaldehyd und/oder Harnstoff sowie Kondensationsprodukte von Diphenyloxid-disulfonsäure-Derivaten mit Formaldehyd in Betracht.

Als Komponente (bh) sind besonders bevorzugt

– Kondensationsprodukte von Ditolylethersulfonaten und Formaldehyd wie sie z.B. in US-A-4386037 beschrieben sind,

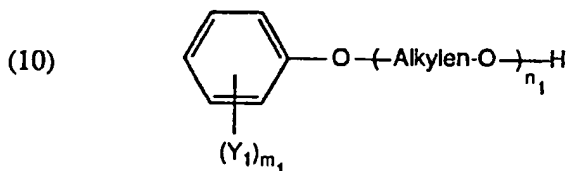
– Kondensationsprodukte von Phenol und Formaldehyd mit Ligninsulfonaten, wie sie z.B. in US-A-3931072 beschrieben sind,

– Kondensationsprodukte von Naphthol-(2)-sulfonsäure-6, Kresol, Natriumbisulfit und Formaldehyd [vgl. FIAT-Report 1013 (1946)], und

– Kondensationsprodukte aus Diphenylderivaten und Formaldehyd wie sie z.B. in US-A-4202838 beschrieben sind.

Der Säurerest der anionischen Verbindungen liegt in der Regel in Salzform, d.h. als Alkalimetall-, Ammonium- oder Aminsatz vor. Beispiele für solche Salze sind Lithium-, Natrium-, Kalium-, Ammonium-, Trimethylamin-, Aethanolamin-, Diethanolamin- oder Triethanolaminsalze.

Als Komponente (c) sind die Verbindungen zu nennen, welche aus der Gruppe der (ca) Alkylendioxidaddukte der Formel



worin Y<sub>1</sub> C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-Alkyl, Aryl oder Aralkyl bedeutet,

"Alkyl" für den Ethylenrest oder Propylenrest steht und

m<sub>1</sub> 1 bis 4 und n<sub>1</sub> 4 bis 50 sind

(cb) Alkylendioxiaddukte an

## EP 0 468 921 A1

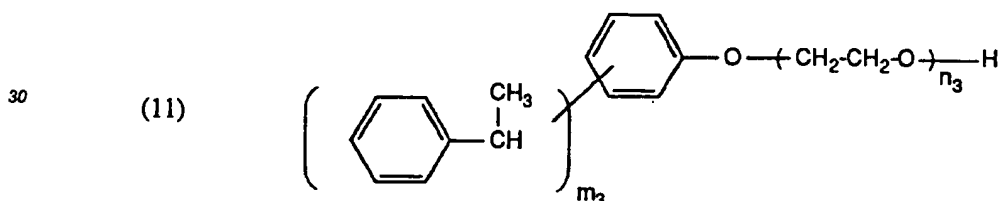
- (cba) gesättigte oder ungesättigte 1-6-wertige aliphatische Alkohole,  
 (cbb) Fettsäuren,  
 (cbc) Fettamine,  
 (cbd) Fettamide,  
 5 (cbe) Diamine,  
 (cbf) Sorbitanester,  
 (cc) Alkylenoxid-kondensationsprodukte (Blockpolymerisate)  
 (cd) Polymerisate von Vinylpyrrolidon, Vinylacetat oder Vinylalkohol und  
 (ce) Co- oder Ter-polymere von Vinylpyrrolidon mit Vinylacetat und/oder Vinylalkohol, ausgewählt sind.  
 10 Bevorzugte erfindungsgemässe Dispersionen enthalten die Komponenten (b) und (c) in einem Verhältnis  
 (b):(c) von 20:1 bis 1:20, vorzugsweise 5:1 bis 1:5.

Gut geeignete Komponenten (ca) sind Polyaddukte von 4 bis 40 Mol Ethylenoxid an 1 Mol eines Phenols, das mindestens eine C<sub>4</sub>-C<sub>12</sub>-Alkylgruppe, eine Phenylgruppe, eine Tolygruppe, eine α-Tolyethylgruppe, eine Benzylgruppe, eine α-Methylbenzylgruppe oder eine α,α-Dimethylbenzylgruppe aufweist, wie z.B. Butylphenol, Tributylphenol, Octylphenol, Nonylphenol, Dinonylphenol, o-Phenylphenol, Benzylphenol, Dibenzylphenol, α-Tolyethylphenol, Dibenzyl-(nonyl)-phenol, α-Methylbenzylphenol, Bis-(α-Methylbenzyl)-phenol oder Tris-(α-methylbenzyl)-phenol, wobei diese Addukte einzeln oder in Mischung verwendet werden können.

Von besonderem Interesse als Komponente (ca) sind Addukte von 6 bis 30 Mol Ethylenoxid an 1 Mol 4-Nonylphenol, an 1 Mol Dinonylphenol oder besonders an 1 Mol von Verbindungen, die durch Anlagerung von 1 bis 3 Mol von Styrolen an 1 Mol Phenole hergestellt werden.

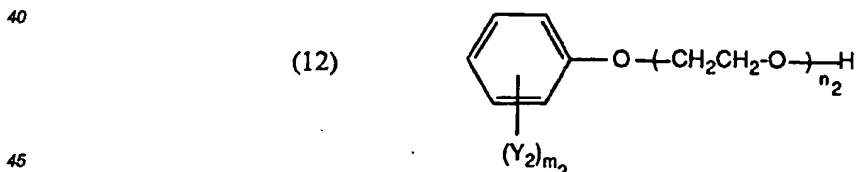
Die Herstellung der Styrolanlagerungsprodukte erfolgt in bekannter Weise vorzugsweise in Gegenwart von Katalysatoren, wie Schwefelsäure, p-Toluolsulfonsäure oder vor allem Zinkchlorid. Als Styrole kommen zweckmässigerweise Styrol, α-Methylstyrol oder Vinyltoluol (4-Methylstyrol) in Betracht. Beispiele für die Phenole sind Phenol, Kresole oder Xylenole.

25 Ganz besonders bevorzugt sind Ethylenoxidaddukte der Formel (11)



35 worin m<sub>3</sub> 1 bis 3 und n<sub>3</sub> 8 bis 30 bedeuten.

Beispiele für solche Addukte sind weiter oben angegeben. Ebenfalls bevorzugt sind Ethylenoxidaddukte der Formel



45 worin Y<sub>2</sub> C<sub>4</sub>-C<sub>12</sub>-Alkyl, Phenyl, Toly, Toly-C<sub>1</sub>-C<sub>3</sub>-alkyl oder Phenyl-C<sub>1</sub>-C<sub>3</sub>-alkyl, wie z.B. α-Methyl- oder α,α-Dimethylbenzyl bedeutet, und m<sub>2</sub> 1 bis 3 und n<sub>2</sub> 4 bis 40 sind.

50 Die nichtionogene Komponente (cb) ist vorteilhafterweise

– ein Alkylenoxidanlagerungsprodukt von 1 bis 100 Mol Alkylenoxid, z.B. Ethylenoxid und/oder Propylenoxid, an 1 Mol eines aliphatischen Monoalkohols mit mindestens 4 Kohlenstoffatomen, eines 3- bis 6-wertigen aliphatischen Alkohols oder eines gegebenenfalls durch Alkyl, Phenyl, α-Tolyethyl, Benzyl, α-Methylbenzyl oder α,α-Dimethylbenzyl substituierten Phenols (cba);

55 – ein Alkylenoxidanlagerungsprodukt von 1 bis 100, vorzugsweise 2 bis 80 Mol Ethylenoxid wobei einzelne Ethylenoxideinheiten durch substituierte Epoxide, wie Styroloxid und/oder Propylenoxid, ersetzt sein können, an höhere unbesättigte oder gesättigte Monoalkohole (cba), Fettsäuren (cbb), Fettamine (cbc) oder Fettamide (cbd) mit 8 bis 22 Kohlenstoffatomen;

## EP 0 468 921 A1

– ein Alkylnoxidanlagerungsprodukt, vorzugsweise ein Ethylenoxid-Propylenoxid-Addukt an Ethylen-diamin (cb);

– in thoxyliertes Sorbitanster mit langkettigen Estergruppen, wie z.B. Polyoxiethylen-Sorbitanmonolaurat mit 4 bis 20 Ethylenoxideinheiten oder Polyoxiethylen-Sorbitantrioleat mit 4 bis 20 Ethylenoxideinheiten (cbf).

Bevorzugte Komponenten (cc) sind Ethylenoxidaddukte an Polypropylenoxid (sogenannte EO-PO-Blockpolymere) und Propylenoxidaddukte an Polyethylenoxid (sogenannte umgekehrte EO-PO-Blockpolymere).

Besonders bevorzugt sind Ethylenoxid-Propylenoxid-Blockpolymere mit Molekulargewichten der Polypropylenoxidbasis von 1700 bis 4000 und einem Ethylenoxidgehalt im Gesamtmolekül von 30-80 %, insbesondere 60-80 %.

Ausser den Komponenten (a) (b) und (c) kann die erfindungsgemässe Dispersion zweckmässig zusätzlich als Komponente (d) ein Stabilisierungs- oder Verdickungsmittel enthalten.

Als Komponente (d) eignen sich insbesondere Carboxylgruppen enthaltende Polymerisate. Diese werden in Form von 0,5 bis 10 %igen, vorzugsweise 0,5 bis 5 %igen wässrigen Lösungen oder Dispersionen, bezogen auf die Lösung oder Dispersion eingesetzt.

Diese Polymerisate stellen vorteilhafterweise polymerisierte ethylenisch ungesättigte Mono- oder Dicarbonsäuren von 3 bis 5 Kohlenstoffatomen, wie z.B. Polyacrylsäure oder Polymerisate von Methacrylsäure, Crotonsäure, Itaconsäure, Teraconsäure, Maleinsäure bzw. deren Anhydrid, Fumarsäure, Citraconsäure oder Mesaconsäure, Copolymerisate aus Olefinen, z.B. Ethylen oder Propylen, Diketene, Acrylsäureestern, Methacrylsäureestern oder Acrylamiden und den vorgenannten Monomeren einschliesslich der Acrylsäure oder Copolymerisate der Acrylsäure mit Methacrylsäure, Methacrylnitril oder Vinylmonomeren, wie z.B. Vinylphosphonsäure, Copolymerisate aus Maleinsäure und Styrol, Maleinsäure und einem Vinylether oder Maleinsäure und einem Vinylester z.B. Vinylacetat oder Copolymere von Vinylpyrrolidon mit Vinylacetat oder Vinylpropionsäure dar.

Die Verdickungsmittel bildenden carboxylgruppenhaltigen Polymerisate können ein Molekulargewicht von 0,5 bis 6 Millionen haben.

Als besonders brauchbare Komponenten (d) haben sich Lösungen von Polyacrylsäure oder auch Copolymerisate aus Acrylsäure und Acrylamid gezeigt, wobei das entsprechende Molekulargewicht von 0,5 bis 6 Millionen schwanken kann. Die Copolymerisate weisen vorteilhafterweise ein Molverhältnis Acrylsäure:Acrylamid von 1:0,8 bis 1:1,2 auf. Als Komponente (d) kann ebenfalls ein teilweise hydrolysiertes Polymaleinsäureanhydrid verwendet werden. Dieses liegt in der Regel teilweise in Form eines wasserlöslichen Salzes vor und besitzt ein Molgewicht, das vorzugsweise zwischen 300 und 5000 liegt.

Weitere als Komponente (d) brauchbare Verdickungsmittel sind Polysaccharide, wie z.B. Carboxymethylcellulose, Methylcellulose, Methyl- oder Ethylhydroxyethylcellulose, Johannisbrotkernmehlether oder Stärkeether sowie Alginat, Polyethylenglykole, Polyvinylpyrrolidone, Polyvinylalkohole oder auch feinverteilte Kieselsäure vorzugsweise mit spezifischer Oberfläche von 50 bis 380 m<sup>2</sup>/g und Schichtsilikate, wie z.B. Bentonite, Bentone, Smekтите, Montmorillonite. Gut geeignet sind auch anionische Heteropolysaccharide, die aus den Monosacchariden Glukose und Mannose und Glucuronsäure gebildet sind.

Die Mengen dieser Zusatzbestandteile (d) liegen im allgemeinen von 0,05 bis 8 Gewichtsprozent, vorzugsweise 0,1 bis 4 Gewichtsprozent, bezogen auf die gesamte wässrige Dispersion vor.

Neben den Komponenten (a), (b) und (c) oder (a), (b), (c) und (d) kann die erfindungsgemässe wässrige Dispersion noch zusätzlich Antischaummittel, Konservierungsmittel oder Gefrierschutzmittel enthalten.

Die anionischen und nichtionischen Verbindungen können allein oder untereinander kombiniert zur Anwendung kommen.

Als Antischaummittel können die erfindungsgemässen Dispersionen Silikonöle sowie auch Entschäumer auf der Basis von Tributylphosphat, 2-Ethylhexanol oder Tetramethyl-5-decyl-diolen (=Surfynol) enthalten.

Bevorzugte Antischaummittel sind Alkylendiamide. Diese entsprechen zweckmässigerweise der Formel



in der V<sub>1</sub> und V<sub>2</sub>, unabhängig voneinander, je einen aliphatischen Rest mit 9 bis 23 Kohlenstoffatomen und Q einen Alkylenrest mit 1 bis 8, vorzugsweise 1, 2 oder 3 Kohlenstoffatomen bedeuten.

Das Alkylendiamid kann als Einzelverbindung oder in Form eines Gemisches vorhanden sein.

Die aliphatischen Reste V<sub>1</sub> und V<sub>2</sub> können geradkettig oder verzweigt sein. Sie stellen zusammen mit der CO-Gruppe vorteilhafterweise den Säurerest einer ungesättigten oder vorzugsweise gesättigten aliphatischen Carbonsäure mit 10 bis 24 Kohlenstoffatomen dar. Als aliphatische Carbonsäuren seien beispielsweise Caprin-, Laurin-, Kokosfett-, Myristin-, Palmkernfettsäure, Palmitin-, Talgfett-, Oel-, Ricinolein-, Linol-, Linolen-, Stearin-, Arachin-, Arachidon-, Behen-, Eruca- oder Lignocerinensäure genannt. Behensäure und besonders Stearinsäure sind bevorzugt.

Es können auch Gemische dieser Säuren verwendet werden, wie sie bei der Spaltung von natürlichen

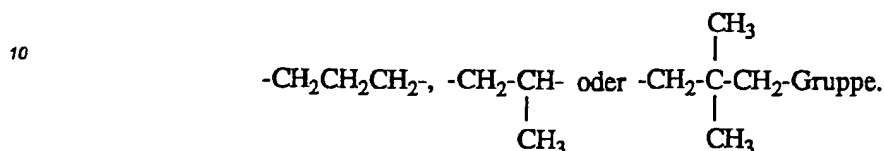


## EP 0 468 921 A1

Oelen oder Fetten gewonnen werden. Kokosfettsäure, Palmkernfettsäure, Palmitin-/Stearinsäuregemische, Talgfettsäure und Arachin-/Behensäuregemische sind besonders bevorzugte Gemische.

Vorzugsweise bedeuten  $V_1$  und  $V_2$  jeweils einen Alkylrest mit 9 bis 23 Kohlenstoffatomen und insbesondere mit 15 bis 21 Kohlenstoffatomen.

5 Q stellt insbesondere eine Alkylengruppe dar, die 2 bis 5 Kohlenstoffatome enthält und geradkettig oder verzweigt sein kann. Es handelt sich beispielsweise um die  $-\text{CH}_2\text{CH}_2-$ ,



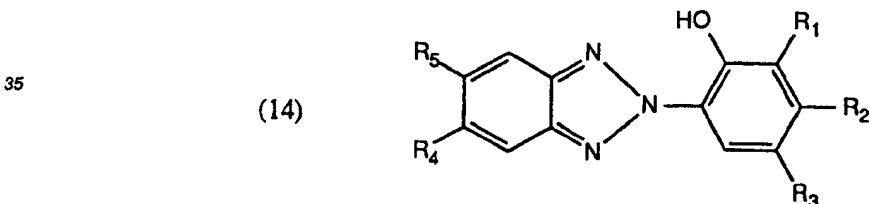
15 Typische Vertreter für Alkylendiamide als Antischaummittel sind Methylen-bis-stearinsäureamid, Ethylen-bis-stearinsäureamid oder Ethylen-bis-behensäureamid.

Das Alkylendiamid ist vorzugsweise in einer Menge von 0,2 bis 3 Gewichtsprozent in der Dispersion vorhanden.

20 Als Konservierungsmittel, die in den erfindungsgemässen Dispersionen enthalten sein können, können die verschiedensten handelsüblichen Produkte, wie wässrige Lösungen von Formaldehyd, 6-Acetoxy-2,4-dimethyldioxan, 1,2-Benzisothiazolin-3-on und besonders 2-Chloracetamid in Betracht kommen.

Als Gefrierschutzmittel, die den erfindungsgemässen Dispersionen zur Erhaltung der Fließfähigkeit bei tiefen Temperaturen und zur Verhinderung des Ausfrierens von Wasser zugesetzt werden können, seien Glykole oder Polyole, wie z.B. Ethylenglykol, Propylenglykol bzw. Glycerin sowie Polyethylenglykole, wie z.B. Di-, Tri- oder Tetraethylenglykol genannt. Ein bevorzugtes Antifrostmittel ist Propylenglykol.

25 Die Komponente (a) kann auch als Mischung der s-Triazinverbindungen der Formel (1) mit anderen UV-Absorbieren aus den Klassen der schwerlöslichen Benzotriazole und Benzophenone eingesetzt werden. Solche UV-Absorber sind z.B. in den US-A-3,004,896, 3,074,910, 4,127,586 und 4,557,730 beschrieben. Als Benzotriazole kommen z.B. solche der Formel (14)



worin

$R_1$  Wasserstoff,  $C_1$ - $C_{12}$ -Alkyl, Chlor,  $C_6$ - $C_8$ -Cycloalkyl oder  $C_7$ - $C_9$ -Phenylalkyl,

$R_2$  Wasserstoff,  $C_1$ - $C_4$ -Alkyl,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxy, Chlor oder Hydroxy,

45  $R_3$   $C_1$ - $C_{12}$ -Alkyl,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxy, Phenyl, ( $C_1$ - $C_8$ -Alkyl)-phenyl,  $C_6$ - $C_8$ -Cycloalkyl,  $C_2$ - $C_8$ -Alkoxy-carbonyl, Chlor, Carboxyethyl oder  $C_7$ - $C_9$ -Phenylalkyl,

$R_4$  Wasserstoff, Chlor,  $C_1$ - $C_4$ -Alkyl,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxy oder  $C_2$ - $C_8$ -Alkoxy-carbonyl, und

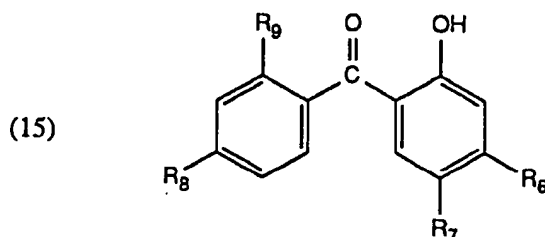
$R_5$  Wasserstoff oder Chlor

bedeuten, und als Benzophenone solche der Formel (15)

50

55

## EP 0 468 921 A1



worin

R<sub>6</sub> Wasserstoff, Hydroxy, C<sub>1</sub>-C<sub>14</sub>-Alkoxy oder Phenoxy,

R<sub>7</sub> Wasserstoff, Halogen oder C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkyl

15 R<sub>8</sub> Wasserstoff, Hydroxy oder C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxy und

R<sub>9</sub> Wasserstoff oder Hydroxy bedeuten,  
in Betracht.

Solche Gemische als Komponente (a) enthalten die Verbindungen der Formeln (1), (14) und (15) in den Gewichtsverhältnissen (1):(14) und (1):(15) von 99:1 bis 1:99, als Komponente (a) kommen auch Mischungen der Verbindungen der Formeln (1), (14) und (15) in Betracht.

In den Formeln (14) und (15) bedeuten:

C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkyl z.B. Methyl, Ethyl, Propyl, Isopropyl, n-Butyl, sec.-Butyl oder tert.-Butyl;

C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxy z.B. Methoxy, Ethoxy, Propoxy oder n-Butoxy;

C<sub>1</sub>-C<sub>14</sub>-Alkoxy z.B. Methoxy, Ethoxy, Propoxy, n-Butoxy, Octyloxy, Dodecyloxy oder Tetradecyloxy;

25 C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-Alkyl z.B. Ethyl, Amyl, tert.-Octyl, n-Dodecyl und vorzugsweise Methyl, sec.-Butyl oder tert.-Butyl;

C<sub>2</sub>-C<sub>8</sub>-Alkoxy-carbonyl z.B. Ethoxycarbonyl, n-Octoxycarbonyl oder vorzugsweise Methoxycarbonyl;

C<sub>5</sub>-C<sub>6</sub>-CycloAlkyl z.B. Cyclopentyl oder Cyclohexyl;

(C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-Alkyl)-phenyl z.B. Methylphenyl, tert.-Butylphenyl, tert.-Amylphenyl oder tert.-Octylphenyl und

C<sub>7</sub>-C<sub>9</sub>-Phenylalkyl z.B. Benzyl, α-Methylbenzyl oder vorzugsweise α,α-Dimethylbenzyl,

30 Die erfindungsgemässen wässrigen Dispersionen enthalten mit Vorteil, jeweils bezogen auf die gesamte Dispersion

5-50 Gewichtsprozent der Komponente (a),

0-18 vorzugsweise 0,5-15 Gewichtsprozent der Komponente (b),

0-18 vorzugsweise 0,5-15 Gewichtsprozent der Komponente (c),

35 0-5 vorzugsweise 0,1 bis 4 Gewichtsprozent der Komponente (d),

0-8 Gewichtsprozent der weiteren, von der Komponente (b) verschiedenen anionischen Komponente,

0-8 Gewichtsprozent der weiteren, von Komponente (c) verschiedenen nichtionischen Komponente,

0-7 vorzugsweise 0,1 bis 5 Gewichtsprozent Antischaummittel,

0-1 vorzugsweise 0,1 bis 0,5 Gewichtsprozent Konservierungsmittel und

40 0-20 Gewichtsprozent Gefrierschutzmittel.

Bevorzugte erfindungsgemässe Dispersionen enthalten

– als anionische Komponente (b) ein Kondensationsprodukt von Formaldehyd mit einer aromatischen Sulfonsäure;

– ein Kondensationsprodukt von Formaldehyd mit Ditolyldithersulfonat;

45 – ein Gemisch aus den Komponenten (ba) bis (bh);

– ein Gemisch aus einem Kondensationsprodukt von Formaldehyd mit Ditolyldithersulfonat und einem sauren Phosphorsäureester oder dessen Salz des Oxalkylierungsproduktes der Formel (6) oder

– ein Kondensationsprodukt von Formaldehyd mit einer aromatischen Sulfonsäure und als nichtionische Komponente (c) ein Alkylenoxidaddukt der Formel (10);

50 – als nichtionische Komponente (c) eine Mischung aus einem Alkylenoxidaddukt der Formel (10) und einem Alkylenoxid-Kondensationsprodukt (cc) oder

– ein Alkylenoxid-Kondensationsprodukt (cc) oder

– als anionische Komponente (b) ein Kondensationsprodukt von Formaldehyd mit einer aromatischen Sulfonsäure und als nichtionische Komponente (c) ein Alkylenoxid-Addukt an Sorbitansäure oder

55 – als anionische Komponente (b) einen sauren Phosphorsäureester oder dessen Salz des Oxalkylierungsproduktes der Formel (6) und als nichtionogene Komponente (c) ein Alkylenoxidaddukt der Formel (10).

Die Herstellung der erfindungsgemässen Dispersion erfolgt zweckmässigerweise, indem man die s-Triazinverbindungen der Formel (1), mit einem Dispergiermittel z.B. dem sauren Ester der Formel (4) und Wasser

## EP 0 468 921 A1

in einem Mischer anteigt und nach allfälliger Zugabe der gewünschten Zusatzbestandteile wie nichtionische Tenside (c), weiterer anionische und/oder nichtionischer Verbindungen einschliesslich der Antischaummittel, konservierungsmittel und Gefrierschutzmittel 1 bis 30, vorzugsweise 1 bis 10 Stunden lang dispergiert. Die Dispergierung wird vorteilhafterweise durch Einwirkung von hohen Scherkräften z.B. durch Mahlen in einer kugel-, Sand- oder Perlmühle durchgeführt. Nach dem Mahlen kann eine wässrige Lösung des Stabilisierungs- oder Verdickungsmittels (Komponente (d)) und gewünschtenfalls noch Wasser zugesetzt werden, worauf bis zur gleichmässigen Verteilung gerührt wird.

Die erfindungsgemässen Dispersionen zeichnen sich durch gute Transport- und Lagerstabilität aus. Sie sind insbesondere sehr stabil bei höheren Temperaturen bis zu 130°C, wenn sie in Färbebädern eingesetzt werden.

Verwendung findet die erfindungsgemässe Dispersion je nach dem Farbstoff beim Färben von Synthefasern. Das Färbeverfahren wird jeweils in üblicher Weise durchgeführt. Die erfindungsgemässe Dispersion wird in ein wässriges Bad langsam unter Rühren eingetragen, wonach die Flotte nach dem Zusatz vom Farbstoff zum Färben bereitgestellt ist.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist demnach auch ein Verfahren zum Färben von synthetischem Fasermaterial mit kationischen oder Dispersionsfarbstoffen. Das Verfahren ist dadurch gekennzeichnet, dass man dieses Material in Gegenwart der erfindungsgemässen Hilfsmitteldispersion färbt.

Die Einsatzmengen, in denen die erfindungsgemässe Hilfsmitteldispersion den Färbebädern zugesetzt wird, bewegen sich von 0,5 bis 10 %, vorzugsweise 1 bis 5 % vom Warengewicht.

Als Fasermaterial, insbesondere Textilmaterial, das in Gegenwart des neuen als Lichtschutzmittel verwendeten Hilfsmittelgemisches gefärbt werden kann, sind z.B.

Celluloseesterfasern, wie Cellulose-2 1/2-acetatfasern und -triacetatfasern; aromatische Polyamidfasern, die sich z.B. von Poly-(metaphenylen-isophthalamid) ableiten, sauer modifizierte Polyesterfasern und besonders lineare Polyesterfasern zu erwähnen. Dabei werden Celluloseester- und Polyesterfasern bevorzugt mit Dispersionsfarbstoffen und sauer modifizierte Polyesterfasern und aromatische Polyamidfasern bevorzugt mit kationischen Farbstoffen gefärbt.

Unter linearen Polyesterfasern sind dabei Synthefasern zu verstehen, die z.B. durch Kondensation von Terephthalsäure mit Ethylenglykol oder von Isophthalsäure oder Terephthalsäure mit 1,4-Bis-(hydroxymethyl)-cyclohexan erhalten werden, sowie Mischpolymere aus Terephthal- und Isophthalsäure und Ethylenglykol. Der in der Textilindustrie bisher fast ausschliesslich eingesetzte lineare Polyester besteht aus Terephthalsäure und Ethylenglykol. Sauer modifizierte Polyesterfasern sind beispielsweise Polykondensationsprodukte von Terephthalsäure oder Isophthalsäure, Ethylenglykol und 1,2-Dihydroxy-3-beziehungsweise 1,3-Dihydroxy-2-(3-natriumsulfopropoxy)-propan, 2,3-Dimethylol-1-(natriumsulfopropoxy)-butan, 2,2-Bis-(3-natriumsulfopropoxyphenyl)-propan oder 3,5-Dicarboxy-benzolsulfonsäure bzw. sulfonierter Terephthalsäure, sulfonierter 4-Methoxybenzolsulfonsäure oder sulfonierter Diphenyl-4,4'-dicarbonsäure.

Die Fasermaterialien können auch als Mischgewebe unter sich oder mit anderen Fasern, z.B. Mischungen aus Polyacrylnitril/Polyester, Polyamid/Polyester, Polyester/Baumwolle, Polyester/Viskose, Polyester/Wolle und Polyester/Polyacrylnitril/Polyamid verwendet werden.

Das zu färbende Textilmaterial kann sich in verschiedenen Verarbeitungsstadien befinden. Beispielsweise kommen in Betracht loses Material, Stückware, wie Gewirke oder Gewebe, Garn in Wickel- oder Muff-Form. Letztere können Wickeldichten von 200 bis 600 g/dm<sup>3</sup>, insbesondere 400 bis 450 g/dm<sup>3</sup>, aufweisen.

Die für das erfindungsgemässe Verfahren geeigneten kationischen Farbstoffe können verschiedenen Farbstoffklassen angehören. Insbesondere handelt es sich um die gebräuchlichen Salze, beispielsweise Chloride, Sulfate oder Metallhalogenide, wie z.B. Zinkchloriddoppelsalze von kationischen Farbstoffen, deren kationischer Charakter z.B. von einer Carbonium-, Oxonium-, Sulfonium- oder vor allem Ammoniumgruppe herrührt. Beispiele für solche chromophore Systeme sind Azofarbstoffe, vor allem Monoazo- oder Hydrazonfarbstoffe, Diphenylmethan-, Triphenylmethan-, Methin- oder Azomethinfarbstoffe, Cumarin-, Ketonimin-, Cyanin-, Azin-, Xanthen-, Oxazin- oder Thiazinfarbstoffe. Schliesslich können auch Farbsalze der Phthalocyanin- oder Anthrachinonreihe mit externer Oniumgruppe, beispielsweise einer Alkylammonium- oder Cycloammoniumgruppe sowie Benzo-1,2-pyranfarbsalze, die Cycloammoniumgruppen enthalten, verwendet werden.

Die zu verwendenden Dispersionsfarbstoffe, die in Wasser nur sehr wenig löslich sind und in der Farbflotte zum grössten Teil in Form einer feinen Dispersion vorliegen, können den verschiedensten Farbstoffklassen angehören, beispielsweise den Acridon-, Azo-, Anthrachinon-, Cumarin-, Methin-, Perinon-, Naphthochinonimin-, Chinophthalon-, Styryl- oder Nitrofarbstoffen.

Es können auch Mischungen von kationischen oder Dispersionsfarbstoffen erfindungsgemäss eingesetzt werden.

Die Menge der der Flotte zuzusetzenden Farbstoffe richtet sich nach der gewünschten Farbstärke; im allgemeinen haben sich Mengen von 0,01 bis 10, vorzugsweise 0,02 bis 5 Gewichtsprozent, bezogen auf das

## EP 0 468 921 A1

ingesetzte Textilmaterial, b währt

Die erfindungsgemäss zu verwendenden Hilfsmittel können auch in Mischung mit b kannten Diffusionsbeschleunigern auf Basis von z.B. Di- oder Trichlorbenzol, Methyl- oder Ethylbenzol, o-Phenylphenol, Benzylphenol, Diphenylether, Chlordiphenyl, Methyldiphenyl, Cyclohexanon, Acetophenon, Alkylphenoxyethanol, Mono-, Di- oder Trichlorphenoxyethanol oder -propanol, Pentachlorphenoxyethanol, Alkylphenylbenzoate, oder insbesondere auf Basis von Diphenyl, Methyldiphenylether, Dibenzylether, Methylbenzoat, Butylbenzoat oder Phenylbenzoat eingesetzt werden.

Die Diffusionsbeschleuniger werden vorzugsweise in einer Menge von 0,5 g bis 5 g/l Flotte oder 5 bis 30 Gewichtsprozent, bezogen auf die Hilfsmitteldispersion, verwendet.

Die Farbbäder können je nach dem zu behandelnden Textilmaterial neben den Farbstoffen und dem erfindungsgemässen Hilfsmittelgemisch, Oligomereninhibitoren, Antischaummittel, Faltenfreimittel, Retarder und vorzugsweise Dispergiemittel enthalten.

Die Dispergiemittel dienen vor allem zur Erzielung einer guten Feinverteilung der Dispersionsfarbstoffe. Es kommen die beim Färben mit Dispersionsfarbstoffen allgemein gebräuchlichen Dispergatoren in Frage.

Als Dispergiemittel kommen vorzugsweise sulfatierte oder phosphatierte Anlagerungsprodukte von 15 bis 100 Mol Ethylenoxid oder vorzugsweise Propylenoxid an mehrwertige, 2 bis 6 Kohlenstoffatome aufweisende aliphatische Alkohole wie z.B. Ethylenglykol, Glycerin oder Pentaerythrit oder an mindestens zwei Aminogruppen oder eine Aminogruppe und eine Hydroxylgruppe aufweisende Amine mit 2 bis 9 Kohlenstoffatomen sowie Alkylsulfonate mit 10 bis 20 Kohlenstoffatomen in der Alkylkette, Alkylbenzolsulfonate mit geradkettiger oder verzweigter Alkylkette mit 8 bis 20 Kohlenstoffatomen in der Alkylkette, wie z.B. Nonyl- oder Dodecylbenzolsulfonat, 1,3,5,7-Tetramethyloctylbenzolsulfonat oder Octadecylbenzolsulfonat, sowie Alkyl-naphthalinsulfonate oder Sulfobornsteinsäureester, wie Natriumdioctylsulfosuccinat, in Betracht.

Besonders günstig haben sich als anionische Dispergiemittel Ligninsulfonate, Polyphosphate und vorzugsweise Formaldehyd-Kondensationsprodukte aus aromatischen Sulfonsäuren, Formaldehyd und gegebenenfalls mono- oder bifunktionellen Phenolen wie z.B. aus Kresol,  $\beta$ -Naphtholsulfonsäure und Formaldehyd, aus Benzolsulfonsäure, Formaldehyd und Naphthalinsulfonsäure, aus Naphthalinsulfonsäure und Formaldehyd oder aus Naphthalinsulfonsäure, Dihydroxydiphenylsulfon und Formaldehyd erwiesen. Bevorzugt ist das Natriumsalz des Di- oder Tri-(6-sulfonaphthyl-2-)methans.

Es können auch Gemische von anionischen Dispergiemitteln zum Einsatz kommen. Normalerweise liegen die anionischen Dispergiemittel in Form ihrer Alkalimetallsalze, Ammoniumsalze oder Aminsäuren vor. Diese Dispergiemittel werden vorzugsweise in einer Menge von 0,5 bis 8 g/l Flotte verwendet.

Die Farbbäder können auch übliche Zusätze, zweckmässig Elektrolyte wie Salze, z.B. Natriumsulfat, Ammoniumsulfat, Natrium- oder Ammoniumphosphate oder -polyphosphate, Metallchloride oder -nitrate wie Calciumchlorid, Magnesiumchlorid bzw. Calciumnitrat, Ammoniumacetat oder Natriumacetat und/oder Säuren, z.B. Mineralsäuren, wie Schwefelsäure oder Phosphorsäure, oder organische Säuren, zweckmässig niedere aliphatische Carbonsäuren, wie Ameisen-, Essig- oder Oxalsäure enthalten. Die Säuren dienen vor allem der Einstellung des pH-Wertes der erfindungsgemäss verwendeten Flotten, der in der Regel 4 bis 6,5, vorzugsweise 4,5 bis 6, beträgt.

Die Färbungen erfolgen mit Vorteil aus wässriger Flotte nach dem Ausziehverfahren. Das Flottenverhältnis kann dementsprechend innerhalb eines weiten Bereiches gewählt werden, z.B. 1:3 bis 1:100, vorzugsweise 1:7 bis 1:50. Die Temperatur, bei der gefärbt bzw. aufgehellt wird, beträgt mindestens 70°C und in der Regel ist sie nicht höher als 140°C. Vorzugsweise liegt sie im Bereich von 80 bis 135°C.

Lineare Polyesterfasern und Cellulosetriacetatfasern färbt man vorzugsweise nach dem sogenannten Hochtemperaturverfahren in geschlossenen und zweckmässigerweise auch druckbeständigen Apparaturen bei Temperaturen von über 100°C, bevorzugt zwischen 110 und 135°C, und gegebenenfalls unter Druck. Als geschlossene Gefässe eignen sich beispielsweise Zirkulationsapparaturen wie Kreuzspul- oder Baumfärbepara-  
 45 apparate, Haspelkufen, Düsen- oder Trommelfärbemaschinen, Muff-Färbepara-  
 apparate, Paddeln oder Jigger.

Cellulose-2 1/2-acetatfasern färbt man vorzugsweise bei Temperaturen von 80-85°C. Die Färbung der aromatischen Polyamidfasern oder sauer modifizierten Polyesterfasern wird vorzugsweise bei einer Temperatur  
 50 von 80 bis 130°C vorgenommen.

Das Färbeverfahren kann so durchgeführt werden, dass man das Färbegut entweder zuerst mit dem Hilfsmittelgemisch kurz behandelt und anschliessend färbt oder vorzugsweise gleichzeitig mit dem Hilfsmittelgemisch und dem Farbstoff behandelt.

Vorzugsweise lässt man das Färbegut während 5 Minuten bei 60-80°C im Bad, das den Farbstoff, das Hilfsmittelgemisch und gegebenenfalls weitere Zusätze enthält und auf einen pH-Wert von 4,5 bis 5,5 eingestellt ist, vorlaufen, steigert die Temperatur innerhalb von 15 bis 35 Minuten auf 110 bis 135°C, vorzugsweise 125-130°C und belässt die Färbeflotte 15 bis 90 Minuten, vorzugsweise 30 bis 60 Minuten, bei dieser Temperatur.

Die Fertigstellung der Färbungen erfolgt durch Abkühlen der Färbeflotte auf 60 bis 80°C, Spülen der Fär-

## EP 0 468 921 A1

bungen mit Wasser und gegebenenfalls durch Reinigung auf übliche Weise im alkalischen Medium unter reduktiv n Bedingungen. Die Färbungen werden dann wiederum gespült und getrocknet.

Man erhält auf synthetischem Fasermaterial, insbesondere auf linearen Polyesterfasern, gleichmässige und farbkraftige Ausfärbungen, die sich zudem durch gute Lichtechtheit und Reibechtheiten auszeichnen.

5 Während des Färbens bleibt die Färbeflotte stabil und entstehen keine Ablagerungen im Inneren der Färbearparaturen.

In den folgenden Beispielen sind die Teile Gewichtsteile und die Prozente Gewichtsprozente.

Beispiel 1

10

In einer Sandmühle werden

35 Teile 2-(2'-Hydroxy-4'-propoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin

14 Teile des mit Triethanolamin neuaaisierten Umsetzungsproduktes von Phosphorpentoxid mit einem Oxalkylierungsproduktes mit 18 Ethylenoxideinheiten des Anlagerungsproduktes von 2,5 bis 3 Mol Styrol an 1 Mol Phenol und

15

51 Teile Wasser gemischt.

Hierauf wird die Mischung mit Quarzsand solange gemahlen, bis die Partikelgrösse < 5 µm ist, und anschliessend die Dispersion vom Quarzsand abgetrennt.

71,4 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Rühren mit 25 Teilen einer 1 %igen wässrigen Lösung eines Biopolymeren auf Polysaccharidbasis und 3,6 Teilen Wasser homogenisiert. Man erhält eine lagerstabile Dispersion.

20

Beispiel 2

25

In einer Sandmühle werden

17,5 Teile 2-(2'-Hydroxy-4'-propoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin,

17,5 Teile 2-(2'-Hydroxy-3'-tert.butyl-5'-methyphenyl-)-5-chlorobenzotriazol

14 Teile des mit Triethanolamin neuaaisierten Umsetzungsproduktes von Phosphorpentoxid mit einem Oxalkylierungsproduktes mit 18 Ethylenoxideinheiten des Anlagerungsproduktes von 2,5 bis 3 Mol Styrol an 1 Mol Phenol und

30

51 Teile Wasser gemischt.

Alsdann wird die Mischung solange gemahlen, bis die Partikelgrösse < 5 µm ist, und anschliessend die Dispersion vom Quarzsand abgetrennt.

71,4 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Rühren mit 25,0 Teilen einer 1 %igen wässrigen Lösung eines Biopolymeren auf Polysaccharidbasis und 3,6 Teilen Wasser homogenisiert. Man erhält eine lagerstabile Dispersion

35

Beispiel 3

40

In einer Sandmühle werden

17,5 Teile 2-(2'-Hydroxy-4'-propoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin,

17,5 Teile 2-Hydroxy-4-octyloxy-benzophenon

14 Teile des mit Triethanolamin neuaaisierten Umsetzungsproduktes von Phosphorpentoxid mit einem Oxalkylierungsproduktes mit 18 Ethylenoxideinheiten des Anlagerungsproduktes von 2,5 bis 3 Mol Styrol an 1 Mol Phenol und

45

51 Teile Wasser gemischt.

Die Mischung wird solange gemahlen, bis die Partikelgrösse < 5 µm ist und, anschliessend die Dispersion vom Quarzsand abgetrennt.

71,4 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Rühren mit 25 Teilen einer 1 %igen wässrigen Lösung eines Biopolymeren auf Polysaccharidbasis und 3,6 Teilen Wasser homogenisiert. Man erhält eine lagerstabile Dispersion.

50

Beispiel 4

55

In einer Sandmühle werden

35,0 Teile 2-(2'-Hydroxy-4'-methoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin,

10,0 Teile eines salzfreien Kondensationsproduktes aus Na-Ditolylethersulfonat und Formaldehyd,

1,0 Teil eines Anlagerungsproduktes von 9 Mol Ethylenoxid an 1 Mol Nonylphenol,

## EP 0 468 921 A1

1,0 Teil eines Anlagerungsprodukts von Ethylenoxid an das Anlagerungsprodukt von Propylenoxid an Propylenglykol mit einem mittleren Molekulargewicht des Polypropylenoxidanteils von ca. 2050 und einem Anteil des Polyethylenoxids im Molekül von ca. 50 % (EO-PO-Blockpolymer) und

53,0 Teile Wasser gemischt.

Die Mischung wird mit Quarzsand solange gemahlen, bis die Partikelgrösse kleiner als 5 µm ist, und anschliessend die Dispersion vom Quarzsand abgetrennt.

71,4 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Rühren mit 25,0 Teilen einer 1 %-igen wässrigen Lösung eines Biopolymeren auf Polysaccharid-Basis und 3,6 Teilen Wasser homogenisiert.

Man erhält eine lagerstabile Dispersion.

10

Beispiel 5

In einer Sandmühle werden

35,0 Teile 2-(2'-Hydroxy-4'-methoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin,

10,0 Teile des Natriumsalzes eines Kondensationsproduktes von Phenol, Ligninsulfonat und Formaldehyd,

1,0 Teil eines Anlagerungsproduktes von 9 Mol Ethylenoxid an 1 Mol Nonylphenol,

1,0 Teil eines Anlagerungsprodukts von Ethylenoxid an das Anlagerungsprodukt von Propylenoxid an Propylenglykol mit einem mittleren Molekulargewicht des Polypropylenoxidanteils von ca. 2050 und einem Anteil des Polyethylenoxids im Molekül von ca. 50 % (EO-PO-Blockpolymer) und

53,0 Teile Wasser gemischt.

Die Mischung wird mit Quarzsand solange gemahlen, bis die Partikelgrösse kleiner als 5 µm ist, und anschliessend die Dispersion vom Quarzsand abgetrennt.

71,4 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Rühren mit 25,0 Teilen einer 1 %-igen wässrigen Lösung eines Biopolymeren auf Polysaccharid-Basis und 3,6 Teilen Wasser homogenisiert.

Man erhält eine lagerstabile Dispersion.

Beispiel 6

In einer Sandmühle werden

35,0 Teile 2-(2'-Hydroxy-4'-methoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin,

10,0 Teile des Natriumsalzes eines Kondensationsproduktes eines Kresol-Isomeren-Gemisches mit Formaldehyd,

1,0 Teil eines Anlagerungsproduktes von 9 Mol Ethylenoxid an 1 Mol Nonylphenol,

1,0 Teil eines Anlagerungsprodukts von Ethylenoxid an das Anlagerungsprodukt von Propylenoxid an Propylenglykol mit einem mittleren Molekulargewicht des Polypropylenoxidanteils von ca. 2050 und einem Anteil des Polyethylenoxids im Molekül von ca. 50 % (EO-PO-Blockpolymer) und

53,0 Teile Wasser gemischt.

Die Mischung wird mit Quarzsand solange gemahlen, bis die Partikelgrösse kleiner als 5 µm ist, und anschliessend die Dispersion vom Quarzsand abgetrennt.

71,4 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Rühren mit 25,0 Teilen einer 1 %-igen wässrigen Lösung eines Biopolymeren auf Polysaccharid-Basis und 3,6 Teilen Wasser homogenisiert.

Man erhält eine lagerstabile Dispersion.

Beispiel 7

45

In einer Sandmühle werden

35,0 Teile 2-(2'-Hydroxy-4'-methoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin,

3,0 Teile des Natriumsalzes eines Kondensationsproduktes aus Naphthalinsulfonsäure mit Formaldehyd,

10,0 Teile eines Anlagerungsprodukts von Ethylenoxid an das Anlagerungsprodukt von Propylenoxid an Propylenglykol mit einem mittleren Molekulargewicht des Polypropylenoxidanteils von ca. 3250 und einem Anteil des Polyethylenoxids im Molekül von ca. 20 % (EO-PO-Blockpolymer) und

52,0 Teile Wasser gemischt.

Die Mischung wird mit Quarzsand solange gemahlen, bis die Partikelgrösse kleiner als 5 µm ist, und anschliessend die Dispersion vom Quarzsand abgetrennt.

71,4 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Rühren mit 25,0 Teilen einer 1 %-igen wässrigen Lösung eines Biopolymeren auf Polysaccharid-Basis und 3,6 Teilen Wasser homogenisiert.

Man erhält eine lagerstabile Dispersion.

## EP 0 468 921 A1

Beispiel 8

In einer Sandmühle werden

- 30,0 Teile 2-(2'-Hydroxy-4'-methoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin,  
 5 2,5 Teile des Natriumsalzes eines Kondensationsproduktes aus Naphthalinsulfonsäure mit Formaldehyd,  
 6,0 Teil eines Anlagerungsproduktes von 17 Mol Ethylenoxid an Sorbitantrioleat,  
 6,0 Teil eines Anlagerungsproduktes von 4 Mol Ethylenoxid an Sorbitanmonolaurat,  
 2,5 Teile des Natriumsalzes des Umsetzungsproduktes von Phosphorpentoxid mit dem Anlagerungsprodukt von 9 Mol Ethylenoxid an 1 Mol Nonylphenol und  
 10 53,0 Teile Wasser gemischt.

Die Mischung wird mit Quarzsand solange gemahlen, bis die Partikelgrösse kleiner als 5 µm ist, und anschliessend die Dispersion vom Quarzsand abgetrennt.

83,3 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Rühren mit 12,5 Teilen einer 2 %-igen wässrigen Lösung eines Biopolymeren auf Polysaccharid-Basis und 4,2 Teilen Wasser homogenisiert.

- 15 Man erhält eine lagerstabile Dispersion.

Beispiel 9

In einer Sandmühle werden

- 20 35 Teile 2-(2'-Hydroxy-4'-methoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin  
 14 Teile des mit Triethanolamin neuaalierten Umsetzungsproduktes von Phosphorpentoxid mit einem Oxalkylierungsproduktes mit 18 Ethylenoxideinheiten des Anlagerungsproduktes von 2,5 bis 3 Mol Styrol an 1 Mol Phenol und  
 51 Teile Wasser gemischt.

- 25 Hierauf wird die Mischung mit Quarzsand solange gemahlen, bis die Partikelgrösse < 5 µm ist, und anschliessend die Dispersion vom Quarzsand abgetrennt.

71,4 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Rühren mit 25 Teilen einer 1 %igen wässrigen Lösung eines Biopolymeren auf Polysaccharidbasis und 3,6 Teilen Wasser homogenisiert. Man erhält eine lagerstabile Dispersion.

30

Beispiel 10

In einer Sandmühle werden

- 17,5 Teile 2-(2'-Hydroxy-4'-methoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin,  
 35 17,5 Teile 2-(2'-Hydroxy-3'-tert.butyl-5'-methylphenyl)-5-chlorobenzotriazol  
 14 Teile des mit Triethanolamin neuaalierten Umsetzungsproduktes von Phosphorpentoxid mit einem Oxalkylierungsproduktes mit 18 Ethylenoxideinheiten des Anlagerungsproduktes von 2,5 bis 3 Mol Styrol an 1 Mol Phenol und  
 51 Teile Wasser gemischt.

- 40 Als dann wird die Mischung solange gemahlen, bis die Partikelgrösse < 5 µm ist, und anschliessend die Dispersion vom Quarzsand abgetrennt.

71,4 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Rühren mit 25,0 Teilen einer 1 %igen wässrigen Lösung eines Biopolymeren auf Polysaccharidbasis und 3,6 Teilen Wasser homogenisiert. Man erhält eine lagerstabile Dispersion.

45

Beispiel 11

In einer Sandmühle werden

- 17,5 Teile 2-(2'-Hydroxy-4'-methoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin,  
 50 17,5 Teile 2-Hydroxy-4-octyloxy-benzophenon  
 14 Teile des mit Triethanolamin neuaalierten Umsetzungsproduktes von Phosphorpentoxid mit einem Oxalkylierungsproduktes mit 18 Ethylenoxideinheiten des Anlagerungsproduktes von 2,5 bis 3 Mol Styrol an 1 Mol Phenol und  
 51 Teile Wasser gemischt.

- 55 Die Mischung wird solange gemahlen, bis die Partikelgrösse < 5 µm ist und, anschliessend die Dispersion vom Quarzsand abgetrennt.

71,4 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Rühren mit 25 Teilen einer 1 %igen wässrigen Lösung eines Biopolymeren auf Polysaccharidbasis und 3,6 Teilen Wasser homogenisiert. Man erhält eine lagerstabile

## EP 0 468 921 A1

Dispersion.

### Beispiele 12-21

- 5 Man verfährt wie in den Beispielen 1 bis 7 und 9 bis 11 beschrieben und homogenisiert je 71,4 Teile der erhaltenen Dispersionen unter Rühren mit 25,0 Teilen einer 1 %-igen wässrigen Lösung eines Biopolymers auf Polysaccharid-Basis, 3,3 Teilen Wasser und 0,3 Teilen Chloracetamid. Die erhaltenen Dispersionen sind lagerstabil.

### 10 Beispiel 22

In einer Sandmühle werden

- 30,0 Teile 2-(2'-Hydroxy-4'-methoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin,  
 2,5 Teile des Natriumsalzes eines Kondensationsproduktes aus Naphthalinsulfonsäure mit Formaldehyd,  
 15 6,0 Teil eines Anlagerungsproduktes von 17 Mol Ethylenoxid an Sorbitantrioleat,  
 6,0 Teil eines Anlagerungsproduktes von 4 Mol Ethylenoxid an Sorbitanmonolaurat,  
 2,5 Teile des Natriumsalzes des Umsetzungsproduktes von Phosphorpentoxid mit dem Anlagerungsprodukt von 9 Mol Ethylenoxid an 1 Mol Nonylphenol und  
 53,0 Teile Wasser gemischt.

- 20 Die Mischung wird mit Quarzsand solange gemahlen, bis die Partikelgrösse kleiner als 5 µm ist, und anschliessend die Dispersion vom Quarzsand abgetrennt.

83,3 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Rühren mit 12,5 Teilen einer 2 %-igen wässrigen Lösung eines Biopolymers auf Polysaccharid-Basis, 3,9 Teilen Wasser und 0,3 Teilen Chloracetamid homogenisiert.

Man erhält eine lagerstabile Dispersion.

25

### Beispiel 23

In einer Sandmühle werden

- 35 Teile 2-(2'-Hydroxy-4'-propoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin  
 30 14 Teile des mit Triethanolamin neuaalierten Umsetzungsproduktes von Phosphorpentoxid mit einem Oxalkylierungsprodukt mit 18 Ethylenoxideinheiten des Anlagerungsproduktes von 2,5 bis 3 Mol Styrol an 1 Mol Phenol,  
 2,8 Teile N,N'-Ethylen-bis- (stearamid) und  
 48,2 Teile Wasser gemischt.

- 35 Hierauf wird die Mischung mit Quarzsand solange gemahlen, bis die Partikelgrösse < 5 µm ist, und anschliessend die Dispersion vom Quarzsand abgetrennt.

71,4 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Rühren mit 25 Teilen einer 1 %igen wässrigen Lösung eines Biopolymers auf Polysaccharidbasis, 3,3 Teilen Wasser und 0,3 Teilen Chloracetamid homogenisiert. Man erhält eine lagerstabile Dispersion.

40

### Beispiel 24

In einer Sandmühle werden

- 17,5 Teile 2-(2'-Hydroxy-4'-propoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin,  
 45 17,5 Teile 2-(2'-Hydroxy-3'-tert.butyl-5'-methylphenyl)-5-chlorbenzotriazol  
 14 Teile des mit Triethanolamin neuaalierten Umsetzungsproduktes von Phosphorpentoxid mit einem Oxalkylierungsprodukt mit 18 Ethylenoxideinheiten des Anlagerungsproduktes von 2,5 bis 3 Mol Styrol an 1 Mol Phenol und  
 2,8 Teile N,N'-Ethylen-bis-(stearamid) und  
 50 48,2 Teile Wasser gemischt.

Als dann wird die Mischung solange gemahlen, bis die Partikelgrösse < 5 µm ist, und anschliessend die Dispersion vom Quarzsand abgetrennt.

71,4 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Rühren mit 25,0 Teilen einer 1 %igen wässrigen Lösung eines Biopolymers auf Polysaccharidbasis, 3,3 Teilen Wasser und 0,3 Teilen Chloracetamid homogenisiert.

- 55 Man erhält eine lagerstabile Dispersion.



## EP 0 468 921 A1

Beispiel 25

In einer Sandmühle werden

- 35 Teile 2-(2'-Hydroxy-4'-methoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin  
 5 14 Teile des mit Triethanolamin neuaalierten Umsetzungsproduktes von Phosphorpentoxid mit einem Oxalkylierungsproduktes mit 18 Ethylenoxideinheiten des Anlagerungsproduktes von 2,5 bis 3 Mol Styrol an 1 Mol Phenol,  
 2,8 Teile N,N'-Ethylen-bis-(stearamid) und  
 48,2 Teile Wasser gemischt.

- 10 Hierauf wird die Mischung mit Quarzsand solange gemahlen, bis die Partikelgrösse < 5 µm ist, und anschliessend die Dispersion vom Quarzsand abgetrennt.

71,4 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Rühren mit 25 Teilen einer 1 %igen wässrigen Lösung eines Biopolymeren auf Polysaccharidbasis, 3,3 Teilen Wasser und 0,3 Teilen Chloracetamid homogenisiert. Man erhält eine lagerstabile Dispersion.

15

Beispiel 26

In einer Sandmühle werden

- 17,5 Teile 2-(2'-Hydroxy-4'-methoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin,  
 20 17,5 Teile 2-(2'-Hydroxy-3'-tert.butyl-5'-methylphenyl)-5-chlorobenzotriazol  
 14 Teile des mit Triethanolamin neuaalierten Umsetzungsproduktes von Phosphorpentoxid mit einem Oxalkylierungsproduktes mit 18 Ethylenoxideinheiten des Anlagerungsproduktes von 2,5 bis 3 Mol Styrol an 1 Mol Phenol,  
 2,8 Teile N,N'-Ethylen-bis-(stearamid) und  
 25 48,2 Teile Wasser gemischt.

Als dann wird die Mischung solange gemahlen, bis die Partikelgrösse < 5 µm ist, und anschliessend die Dispersion vom Quarzsand abgetrennt.

71,4 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Rühren mit 25,0 Teilen einer 1 %igen wässrigen Lösung eines Biopolymeren auf Polysaccharidbasis, 3,3 Teilen Wasser und 0,3 Teilen Chloracetamid homogenisiert.

- 30 Man erhält eine lagerstabile Dispersion.

Beispiel 27

In einer Sandmühle werden

- 35 17,5 Teile 2-(2'-Hydroxy-4'-methoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin,  
 17,5 Teile 2-Hydroxy-4-octyloxy-benzophenon,  
 10,0 Teile eines salzfreien Kondensationsproduktes aus Ditolyethersulfonat und Formaldehyd und  
 55,0 Teile Wasser gemischt.

- 40 Die Mischung wird mit Quarzsand solange gemahlen, bis die Partikelgrösse kleiner als 5 µ ist. Die Dispersion wird vom Quarzsand abgetrennt.

71,4 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Rühren mit 25,0 Teilen einer 1 %-igen wässrigen Lösung eines Biopolymeren auf Polysaccharid-Basis, 0,3 Teilen Chloracetamid und 3,6 Teilen Wasser homogenisiert.

Man erhält eine lagerstabile Dispersion.

Beispiel 28

In einer Sandmühle werden

- 35,0 Teile 2-(2'-Hydroxy-4'-methoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin,  
 9,1 Teile eines salzfreien Kondensationsproduktes aus Ditolyethersulfonat und Formaldehyd,  
 50 2,1 Teile des mit Triethanolamin neuaalierten Umsetzungsproduktes von Phosphorpentoxid mit einem Oxalkylierungsproduktes mit 18 Mol Ethylenoxideinheiten des Anlagerungsproduktes von 2,5 bis 3 Mol Styrol an 1 Mol Phenol  
 2,8 Teile N,N'-Ethylen-bis-(stearamid) und  
 51,0 Teile Wasser gemischt.

- 55 Die Mischung wird mit Quarzsand solange gemahlen, bis die Partikelgrösse kleiner als 5 µ ist. Die Dispersion wird vom Quarzsand abgetrennt.

71,4 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Rühren mit 20,0 Teilen einer 2%-igen wässrigen Lösung eines Biopolymeren auf Polysaccharid-Basis, 0,3 Teilen Chloracetamid und 8,3 Teilen Wasser homogenisiert.

## EP 0 468 921 A1

Man erhält eine lagerstabile Dispersion.

Beispiel 29

5 In einer Sandmühle werden

35,0 Teile 2-(2'-Hydroxy-4'-methoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin,

10,0 Teile eines Kondensationsproduktes eines C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub> Fettalkohols mit 25 Mol Ethylenoxid und

55,0 Teile Wasser gemischt.

10 Die Mischung wird mit Quarzsand solange gemahlen, bis die Partikelgrösse kleiner als 5 µ ist. Die Dispersion wird vom Quarzsand abgetrennt.

71,4 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Rühren mit 25,0 Teilen einer 2%-igen wässrigen Lösung eines Biopolymeren auf Polysaccharid-Basis, 0,3 Teilen Chloracetamid und 3,3 Teilen Wasser homogenisiert.

Man erhält eine lagerstabile Dispersion.

15 Beispiel 30

In einer Sandmühle werden

35,0 Teile 2-(2'-Hydroxy-4'-methoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin,

12,5 Teile eines Oxalkylierungsproduktes mit 18 Mol Ethylenoxideinheiten des Anlagerungsproduktes von  
20 2,5 bis 3 Mol Styrol an 1 Mol Phenol und

53,0 Teile Wasser gemischt.

Die Mischung wird mit Quarzsand solange gemahlen, bis die Partikelgrösse kleiner als 5 µ ist. Die Dispersion wird vom Quarzsand abgetrennt.

25 71,4 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Rühren mit 25,0 Teilen einer 2%-igen wässrigen Lösung eines Biopolymeren auf Polysaccharid-Basis, 0,3 Teilen Chloracetamid und 3,3 Teilen Wasser homogenisiert.

Man erhält eine lagerstabile Dispersion.

Beispiel 31

30 In einer Sandmühle werden

35,0 Teile 2-(2'-Hydroxy-4'-methoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin,

21,0 Teile einer 33%-igen wässrigen Lösung des Natriumsalzes des Schwefelsäureesters eines Oxalkylierungsprodukts von Nonylphenol mit 25 Mol Ethylenoxideinheiten und

44,0 Teile Wasser gemischt.

35 Die Mischung wird mit Quarzsand solange gemahlen, bis die Partikelgrösse kleiner als 5 µ ist. Die Dispersion wird vom Quarzsand abgetrennt.

71,4 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Rühren mit 25,0 Teilen einer 2%-igen wässrigen Lösung eines Biopolymeren auf Polysaccharid-Basis, 0,3 Teilen Chloracetamid und 3,3 Teilen Wasser homogenisiert.

Man erhält eine lagerstabile Dispersion.

40

Beispiel 32

100 g eines Polyestergewirkes (Polyethylenglykolterephthalat) werden in einem HT-Zirkulationsapparat bei 60°C in 3 Liter Wasser eingebracht, welches

45 9 g Ammoniumsulfat

18 g Dinatriumsalz von Di-(6-sulfonaphthyl-2-)methan

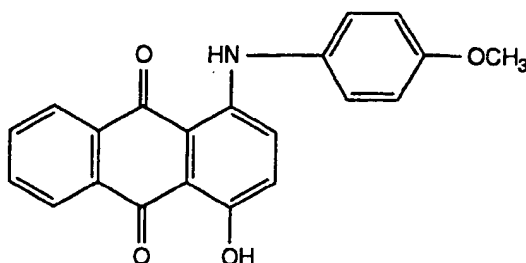
5 g eines fein dispergierten Farbstoffes der Formel

50

55

## EP 0 468 921 A1

(101)



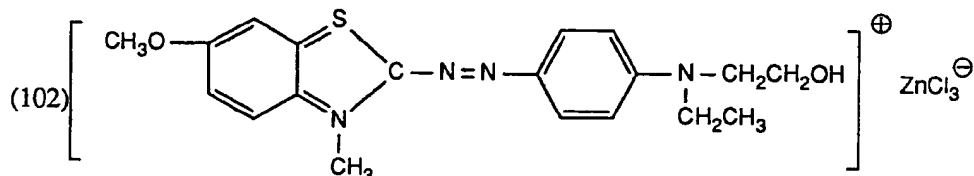
3 g der gemäss Beispiel 1 hergestellten Hilfsmittelformulierung enthält und mit 85 %iger Ameisensäure auf pH 5 eingestellt ist. Man erhitzt das Färbebad, bei ständig zirkulierender Flotte, innerhalb von 30 Minuten auf 130°C und färbt 1 Stunde bei dieser Temperatur. Als dann wird das Färbebad abgekühlt und das Substrat gespült und wie üblich zur Entfernung von nichtfixiertem Farbstoff reduktiv gereinigt. Anschliessend wird das Substrat neuaaliert, nochmals gespült und getrocknet. Bedingt durch die stabile mitverwendete Hilfsmittelformulierung wird während des Färbeprozesses weder ein Anstieg des Differenzdruckes festgestellt noch zeigen sich Ablagerungen im Inneren des Wickelkörpers. Man erhält somit eine gleichmässige lichtechte marineblaue Färbung.

Gleichmässige lichtechte marineblaue Färbungen werden auch erhalten, wenn anstelle der Hilfsmittelformulierung gemäss Beispiel 1 die gemäss den Beispielen 2 bis 8 hergestellten Hilfsmittelformulierungen eingesetzt werden.

Beispiel 33

In einen Hochtemperatur-Färbeapparat enthaltend 2 Liter einer wässrigen Flotte, die

2 g	eines amphoteren sulfatierten Fettaminpolyethylenglykolethers,
12 g	kalz. Natriumsulfat,
1,5 g	eines Farbsalzes der Formel



und 3 g der gemäss Beispiel 2 hergestellten wässrigen Hilfsmitteldispersion enthält und mit Essigsäure auf pH 4,5 eingestellt ist, werden 100 g eines Dacron 64-Gewebes (säuremodifizierte Polyesterfasern) eingebracht. Man erhitzt das Färbebad innerhalb von 30 Minuten auf 120°C und färbt 1 Stunde bei dieser Temperatur. Als dann wird das Färbebad auf 70°C abgekühlt, das Substrat neuaaliert, gespült und wie üblich getrocknet.

Die Färbeflotte zeigt während des Färbens keine Ausfällungen und Ablagerungen. Man erhält somit eine gleichmässige und lichtechte rote Färbung.

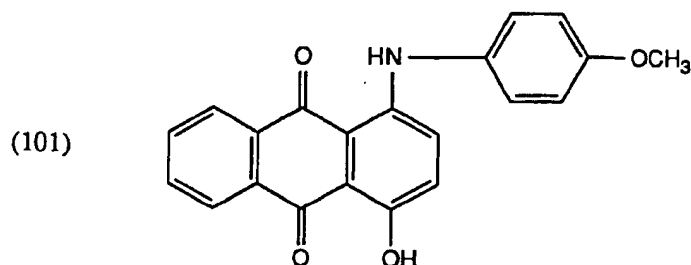
Gleichmässige lichtechte rote Färbungen werden auch erhalten, wenn anstelle der Hilfsmittelformulierung gemäss Beispiel 2 die gemäss den Beispielen 1 oder 3 bis 8 hergestellten Hilfsmittelformulierungen eingesetzt werden.

Beispiel 34

100 g eines Polyestergewirkes (Polyethylenglykolterephthalat) werden in einem HT-Zirkulationsapparat bei 60°C in 3 Liter Wasser eingebracht, welches

9 g	Ammoniumsulfat
18 g	Dinatriumsalz von Di-(6-sulfonaphthyl-2-)methan
5 g	eines fein dispergierten Farbstoffes der Formel

## EP 0 468 921 A1



3 g der gemäss Beispiel 9 hergestellten Hilfsmittelformulierung enthält und mit 85 %iger Ameisensäure auf pH 5 eingestellt ist. Man erhitzt das Färbebad, bei ständig zirkulierender Flotte, innerhalb von 30 Minuten auf 130°C und färbt 1 Stunde bei dieser Temperatur. Alsdann wird das Färbebad abgekühlt und das Substrat gespült und wie üblich zur Entfernung von nichtfixiertem Farbstoff reduktiv gereinigt. Anschliessend wird das Substrat neuualisiert, nochmals gespült und getrocknet. Bedingt durch die stabile mitverwendete Hilfsmittelformulierung wird während des Färbeprozesses weder ein Anstieg des Differenzdruckes festgestellt noch zeigen sich Ablagerungen im Inneren des Wickelkörpers. Man erhält somit eine gleichmässige lichtechte marineblaue Färbung.

Gleichmässige lichtechte marineblaue Färbungen werden auch erhalten, wenn anstelle der Hilfsmittelformulierung gemäss Beispiel 9 die gemäss den Beispielen 10 und 11 hergestellten Hilfsmittelformulierungen eingesetzt werden.

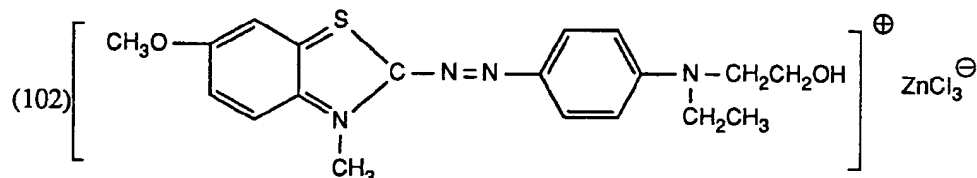
Beispiel 35

In einen Hochtemperatur-Färbeapparat enthaltend 2 Liter einer wässrigen Flotte, die

2 g eines amphoteren sulfatierten Fettaminpolyethylenglykolethers,

12 g kalz. Natriumsulfat,

1,5 g eines Farbsalzes der Formel



und 3 g der gemäss Beispiel 10 hergestellten wässrigen Hilfsmitteldispersion enthält und mit Essigsäure auf pH 4,5 eingestellt ist, werden 100 g eines Dacron 64-Gewebes (säuremodifizierte Polyesterfasern) eingebracht. Man erhitzt das Färbebad innerhalb von 30 Minuten auf 120°C und färbt 1 Stunde bei dieser Temperatur. Alsdann wird das Färbebad auf 70°C abgekühlt, das Substrat neuualisiert, gespült und wie üblich getrocknet.

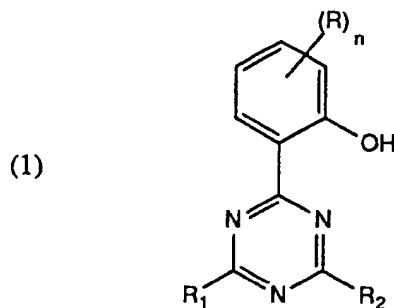
Die Färbeflotte zeigt während des Färbens keine Ausfällungen und Ablagerungen. Man erhält somit eine gleichmässige und lichtechte rote Färbung.

Gleichmässige lichtechte rote Färbungen werden auch erhalten, wenn anstelle der Hilfsmittelformulierung gemäss Beispiel 10 die gemäss den Beispielen 9 oder 11 hergestellten Hilfsmittelformulierungen eingesetzt werden.

**Patentansprüche**

1. Wässrige Dispersion einer 2-(2'-Hydroxyphenyl)-s-triazinverbindung, dadurch gekennzeichnet, dass sie (a) 5 bis 50 Gewichtsprozent einer s-Triazinverbindung der Formel

## EP 0 468 921 A1



worin

R nieder Alkyl, nieder Alkoxy, Halogen oder Hydroxy,

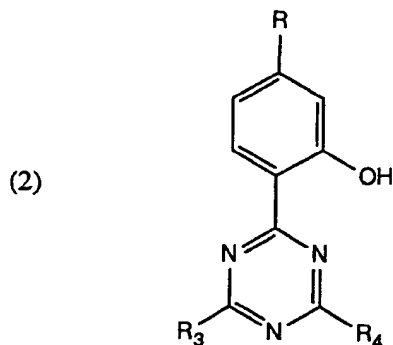
R<sub>1</sub> und R<sub>2</sub> unabhängig voneinander C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub>-Alkyl, durch Hydroxy, nieder Alkoxy, nieder Alkylthio, Amino oder Mono- oder Di-alkylamino substituiertes C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub>-Alkyl, Phenyl oder durch Chlor, Hydroxy, nieder Alkyl und/oder nieder Alkoxy substituiertes Phenyl und

n 0, 1 oder 2 bedeuten,

(b) 0 bis 18 Gewichtsprozent einer anionischen Verbindung und

(c) 0 bis 18 Gewichtsprozent einer nichtionischen Verbindung enthält, mit der Massgabe, dass von den Komponenten (b) und (c) mindestens eine vorhanden sein muss.

2. Dispersion gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Komponente (a) der Formel



worin

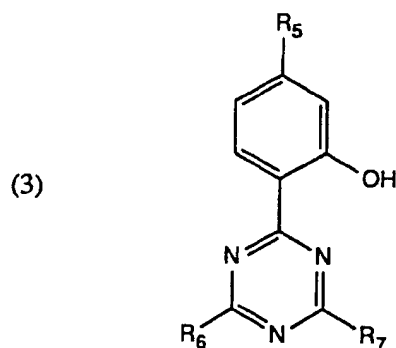
R die in Anspruch 1 angegebene Bedeutung hat und

R<sub>3</sub> und R<sub>4</sub> unabhängig voneinander Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen, Phenyl oder durch nieder Alkyl und/oder nieder Alkoxy substituiertes Phenyl bedeuten,

entspricht

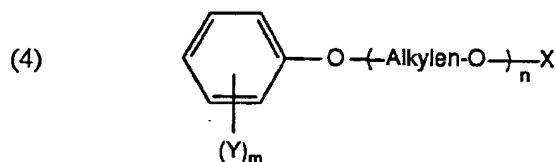
3. Dispersion gemäss einem der Ansprüche 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Komponente (a) der Formel

## EP 0 468 921 A1



15 worin  
 R<sub>5</sub> nieder Alkyl oder nieder Alkoxy und  
 R<sub>6</sub> und R<sub>7</sub> unabhängig voneinander Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen oder Phenyl bedeuten, entspricht

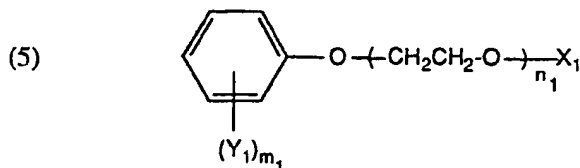
4. Dispersion gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass in Formel (1) R nieder Alkoxy und R<sub>1</sub> und R<sub>2</sub> je Phenyl darstellen.
5. Dispersion gemäss einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Komponente (b) eine Verbindung aus der Gruppe der  
 (ba) sauren Ester oder deren Salze von Alkylendioxidaddukten der Formel



35 worin X den Säurerest einer anorganischen, Sauerstoff enthaltenden Säure, wie z.B. Schwefelsäure oder vorzugsweise Phosphorsäure, oder auch den Rest einer organischen Säure und Y C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-Alkyl, Aryl oder Aralkyl bedeuten, "Alkylendioxy" für den Ethylenrest oder Propylenrest steht, und m 1 bis 4 und n 4 bis 50 sind,  
 (bb) Polystyrolsulfonate,  
 (bc) Fettsäuretauride,  
 (bd) alkylierten Diphenyloxyd -mono- oder di-sulfonate,  
 (be) Sulfonate von Polycarbonsäureestern,  
 (bf) mit einer organischen Dicarbonsäure, oder einer anorganischen mehrbasischen Säure in einen sauren Ester übergeführten Anlagerungsprodukt von 1 bis 60, vorzugsweise 2 bis 30 Mol Ethylenoxyd und/oder Propylenoxyd an Fettamine, Fettamide, Fettsäuren oder Fettalkohole je mit 8 bis 22 Kohlenstoffatomen oder an drei- bis sechswertige Alkanole mit 3 bis 6 Kohlenstoffatomen,  
 (bg) Ligninsulfonate und  
 (bh) Formaldehyd-Kondensationsprodukte, ausgewählt ist.

6. Dispersion gemäss einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Komponente (b) eine anionische Verbindung der Formel (4) ist, worin Y C<sub>4</sub>-C<sub>12</sub>-Alkyl, Benzyl oder  $\alpha$ -Methylbenzyl bedeutet.
7. Dispersion gemäss einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Komponente (b) eine Verbindung der Formel

## EP 0 468 921 A1

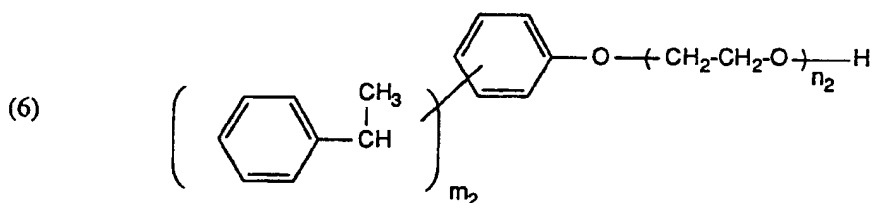


5

10 ist, worin  $\text{Y}_1$   $\text{C}_4\text{-C}_{12}$ -Alkyl, Phenyl, Toly, Phenyl- $\text{C}_1\text{-C}_3$ -alkyl oder Toly- $\text{C}_1\text{-C}_3$ -alkyl bedeutet,  $\text{X}_1$  ein Säurerest ist, der sich von Schwefelsäure oder Orthophosphorsäure ableitet, und  $m_1$  1 bis 3 und  $n_1$  4 bis 40 sind.

15 8. Dispersion gemäss einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Komponente (b) ein saurer Phosphorsäureester oder dessen Salz des Oxalkylierungsproduktes von 6 bis 30 Mol Ethylenoxid an 1 Mol 4-Nonylphenol oder Dinonylphenol oder an 1 Mol einer Verbindung, die durch Anlagerung von 1 bis 3 Mol Styrol,  $\alpha$ -Methylstyrol oder Vinyltoluol an 1 Mol Phenol, Kresol oder Xylenol hergestellt worden ist, ist.

20 9. Dispersion gemäss einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Komponente (b) ein saurer Phosphorsäureester oder dessen Salz des Oxalkylierungsproduktes der Formel



25

30

ist, worin  $m_2$  1 bis 3 und  $n_2$  8 bis 30 sind.

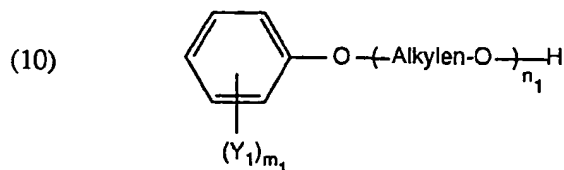
35 10. Dispersion gemäss einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass sie als anionische Komponente (b) ein Kondensationsprodukt von Formaldehyd mit einer aromatischen Sulfonsäure enthält.

11. Dispersion gemäss Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, dass sie als anionische Komponente (b) ein Kondensationsprodukt von Formaldehyd mit Ditolylethersulfonat enthält.

40 12. Dispersion gemäss einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die anionische Komponente (b) ein Gemisch aus den Komponenten (ba) bis (bh) ist.

45 13. Dispersion gemäss Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, dass die anionische Komponente (b) ein Gemisch aus einem Kondensationsprodukt von Formaldehyd mit Ditolylethersulfonat und einem sauren Phosphorsäureester oder dessen Salz des Oxalkylierungsproduktes der in Anspruch 9 definierten Formel (6) ist.

50 14. Dispersion gemäss einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass sie als Komponente (c) eine nichtionische Verbindung aus der Gruppe der (ca) Alkylenoxidaddukte der Formel



55

## EP 0 468 921 A1

worin  $Y_1$   $C_1$ - $C_{12}$ -Alkyl, Aryl oder Aralkyl bedeutet,  
 "Alkylen" für den Ethylenrest oder Propylenrest steht und  
 $m_1$  1 bis 4 und  $n_1$  4 bis 50 sind

(cb) Alkylenoxiaddukte an

(cba) gesättigte oder ungesättigte 1-6-wertige aliphatische Alkohole,

(cbb) Fettsäuren,

(cbc) Fettamine,

(cbd) Fettamide,

(cbe) Diamine,

(cbf) Sorbitanester,

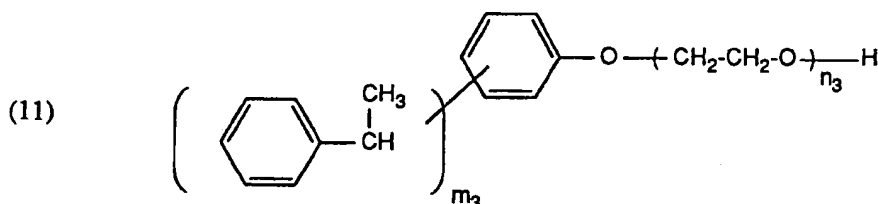
(cc) Alkylenoxid-Kondensationsprodukte (Blockpolymerisate)

(cd) Polymerisate von Vinylpyrrolidon, Vinylacetat oder Vinylalkohol, und

(ce) Co- oder Ter-polymere von Vinylpyrrolidon mit Vinylacetat und/oder Vinylalkohol.

15 15. Dispersion gemäss einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Komponente (c) ein Addukt von 8 bis 30 Mol Ethylenoxid an 1 Mol 4-Nonylphenol, an 1 Mol Dinonylphenol oder an 1 Mol von Verbindungen, die durch Anlagerung von 1 bis 3 Mol von Styrolen an 1 Mol Phenol hergestellt werden, ist.

20 16. Dispersion gemäss einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Komponente (c) ein Ethylenoxidaddukt der Formel



ist, worin  $m_3$  1 bis 3 und  $n_3$  8 bis 30 bedeuten.

35 17. Dispersion gemäss einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass sie als anionische Komponente (b) ein Kondensationsprodukt von Formaldehyd mit einer aromatischen Sulfonsäure und als nichtionische Komponente (c) ein Alkylenoxidaddukt der in Anspruch 14 definierten Formel (10) enthält.

40 18. Dispersion gemäss Anspruch 17, dadurch gekennzeichnet, dass sie als nichtionische Komponente (c) eine Mischung aus einem Alkylenoxidaddukt der in Anspruch 14 definierten Formel (10) und einem Alkylenoxid-Kondensationsprodukt (cc) enthält.

45 19. Dispersion gemäss Anspruch 18, dadurch gekennzeichnet, dass sie als nichtionische Komponente (c) ein Alkylenoxid-Kondensationsprodukt (cc) enthält.

20. Dispersion gemäss einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass sie als anionische Komponente (b) ein Kondensationsprodukt von Formaldehyd mit einer aromatischen Sulfonsäure und als nichtionische Komponente (c) ein Alkylenoxid-Addukt an Sorbitanester enthält.

50 21. Dispersion gemäss Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, dass sie als anionische Komponente (b) einen sauren Phosphorsäureester oder dessen Salz des Oxalkylierungsproduktes der in Anspruch 9 definierten Formel (6) und als nichtionogene Komponente (c) ein Alkylenoxidaddukt der in Anspruch 14 definierten Formel (10) enthält.

55 22. Dispersion gemäss einem der Ansprüche 1 bis 21, dadurch gekennzeichnet, dass sie zusätzlich als Komponente (d) ein Stabilisierungs- oder Verdickungsmittel enthält.

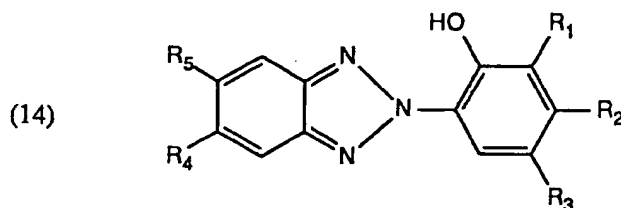
23. Dispersion gemäss Anspruch 22, dadurch gekennzeichnet, dass die Komponente (d) eine 0,5 bis 10 %ige



## EP 0 468 921 A1

wässrige Lösung oder Dispersion einer polymerisierten ethylenisch-ungesättigten Mono- oder Dicarbonsäure von 3 bis 5 Kohlenstoffatomen, insbesondere Polyacrylsäure ist.

24. Dispersion gemäss Anspruch 22, dadurch gekennzeichnet, dass die Komponente (d) ein Polysaccharid ist.
25. Dispersion gemäss einem der Ansprüche 1 bis 24, dadurch gekennzeichnet, dass sie zusätzlich ein Antischaummittel enthält.
26. Dispersion gemäss Anspruch 25, dadurch gekennzeichnet, dass das Antischaummittel ein Alkyldiamid der Formel
- $$(13) \quad V_1\text{-CO-NH-Q-NH-CO-V}_2$$
- ist, in der  $V_1$  und  $V_2$ , unabhängig voneinander, je einen aliphatischen Rest mit 9 bis 23 Kohlenstoffatomen und Q einen Alkylenrest mit 1 bis 8 Kohlenstoffatomen bedeuten.
27. Dispersion gemäss einem der Ansprüche 1 bis 26, dadurch gekennzeichnet, dass sie zusätzlich ein Konservierungsmittel und/oder ein Gefrierschutzmittel enthält.
28. Dispersion gemäss einem der Ansprüche 1 bis 27, dadurch gekennzeichnet, dass sie als Komponente (a) ein Gemisch aus einer s-Triazinverbindung der Formel (1) und einer Benzotriazolverbindung der Formel (14)



worin

$R_1$  Wasserstoff,  $C_1$ - $C_{12}$ -Alkyl, Chlor,  $C_5$ - $C_6$ -Cycloalkyl oder  $C_7$ - $C_9$ -Phenylalkyl,

$R_2$  Wasserstoff,  $C_1$ - $C_4$ -Alkyl,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxy, Chlor oder Hydroxy,

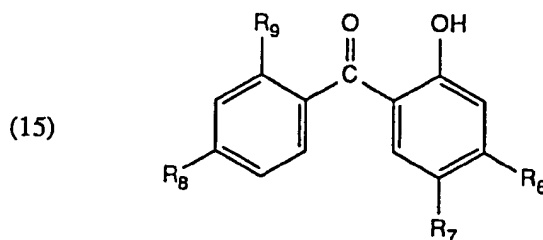
$R_3$   $C_1$ - $C_{12}$ -Alkyl,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxy, Phenyl, ( $C_1$ - $C_8$ -Alkyl)-phenyl,  $C_5$ - $C_6$ -Cycloalkyl,  $C_2$ - $C_9$ -Alkoxy-carbonyl, Chlor, Carboxyethyl oder  $C_7$ - $C_9$ -Phenylalkyl,

$R_4$  Wasserstoff, Chlor,  $C_1$ - $C_4$ -Alkyl,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxy oder  $C_2$ - $C_9$ -Alkoxy-carbonyl, und

$R_5$  Wasserstoff oder Chlor

bedeuten, enthält.

29. Dispersion gemäss einem der Ansprüche 1 bis 27, dadurch gekennzeichnet, dass sie als Komponente (a) ein Gemisch aus einer s-Triazinverbindung der Formel (1) und einer Benzophenonverbindung der Formel (15)



worin

$R_6$  Wasserstoff, Hydroxy,  $C_1$ - $C_{14}$ -Alkoxy oder Phenoxy,

## EP 0 468 921 A1

R<sub>7</sub> Wasserstoff, Halogen oder C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkyl  
 R<sub>8</sub> Wasserstoff, Hydroxy oder C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxy und  
 R<sub>9</sub> Wasserstoff oder Hydroxy  
 bedeuten, enthält.

5

30. Dispersion gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass sie, bezogen auf die gesamte Dispersion,

5-50 Gewichtsprozent der Komponente (a),

0-18 Gewichtsprozent der Komponente (b),

0-18 Gewichtsprozent der Komponente (c),

10

0-5 Gewichtsprozent der Komponente (d),

0-8 Gewichtsprozent einer weiteren, von der Komponente (b) verschiedenen anionischen Komponente,

0-8 Gewichtsprozent einer weiteren von Komponente (c) verschiedenen nichtionischen Komponente,

15

0-7 Gewichtsprozent eines Antischaummittels,

0-1 Gewichtsprozent eines Konservierungsmittels und

0-20 Gewichtsprozent eines Gefrierschutzmittels.

enthält.

20

31. Verwendung der wässrigen Dispersion gemäss einem der Ansprüche 1 bis 30 beim Färben von synthetischen Fasermaterialien, insbesondere Polyesterfasern oder säuremodifizierten Polyesterfasern.

32. Verfahren zum Färben von Synthefasern, vorzugsweise Polyesterfasern oder säuremodifizierte Polyesterfasern, enthaltendem Textilmaterial mit Dispersionsfarbstoffen bzw. kationischen Farbstoffen, dadurch gekennzeichnet, dass man dieses Material in Gegenwart einer wässrigen Dispersion einer s-Triazinverbindung gemäss einem der Ansprüche 1 bis 30 färbt.

25

30

35

40

45

50

55

EP 0 468 921 A1



Europäisches  
Patentamt

## EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 91 81 0568

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.5)
X	EP-A-280 653 (CIBA-GEIGY) * das ganze Dokument *	1-4	D06P1/642
Y		28-31	D06P1/651
A		5-25, 32	D06P3/52
			D06P3/54
X	EP-A-345 219 (CIBA-GEIGY) * das ganze Dokument *	5-27	
Y		28-31	
A		32	
Y	FR-A-2 546 544 (SANDOZ) * das ganze Dokument *	29-31	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.5)
			D06P
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort DEN HAAG		Abschlußdatum der Recherche 02 OCTOBER 1991	Prüfer J-F DELZANT
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument A : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	
X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund L : schriftliche Offenbarung P : Zwischenliteratur			

EPO FORM L50 (3.12.90) (P0408)